

David de Souza Machado

**DESENVOLVIMENTO DE UM COMPÓSITO DIAMANTADO
COM MATRIZ METÁLICA À BASE DE NÍQUEL**

Dissertação de Mestrado apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Santa Catarina como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Márcio C. Fredel, Dr. -Ing.
Coorientador: Prof. Walter L. Weingaertner, Dr. -Ing.

**Florianópolis
2013**

Machado, David de Souza
DESENVOLVIMENTO DE UM COMPÓSITO DIAMANTADO COM MATRIZ
METÁLICA À BASE DE NÍQUEL [dissertação] / David de Souza
Machado; orientador, Prof. Márcio Celso, Dr. -Ing. Fredel;
coorientador, Prof. Walter Lindolfo, Dr. -Ing.
Weingaertner. - Florianópolis, SC, 2013.
132 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-Graduação
em Engenharia Mecânica.

Inclui referências

1. Engenharia Mecânica. 2. Sinterização níquel diamantado. 3. Metalurgia do pó. 4. Ferramental diamantado. I. Fredel, Prof. Márcio Celso, Dr. -Ing.. II. Weingaertner, Prof. Walter Lindolfo, Dr. -Ing.. III. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. IV. Título.

David de Souza Machado

**DESENVOLVIMENTO DE UM COMPÓSITO DIAMANTADO
COM MATRIZ METÁLICA À BASE DE NÍQUEL.**

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do Título de mestre em Engenharia Mecânica, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Santa Catarina.

Florianópolis, 30 de abril de 2013.

Prof. Márcio Celso Fredel, Dr. -Ing. Orientador

Prof. Walter L. Weingaertner, Dr. -Ing.
Coorientador

Prof. Armando Albertazzi Gonçalves Jr., Dr.Eng
Coordenador do POSMEC

Banca Examinadora:

Prof. Márcio Celso Fredel, Dr. -Ing.
Presidente

Prof. Rolf Bertrand Schroeter,
Dr.Eng.

Prof. Hazim Ali Al-Qureshi, Ph.D.

Prof. Alexandre Mikowski, Dr.

Este trabalho é dedicado aos meus pais, Adilson e Maria, pela minha vida, pelo exemplo de vida, pelo carinho e amor dados a mim. Aos meus irmãos Caroline e Henrique e à minha namorada Mariana.

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao meu orientador Prof. Dr.-Ing. Márcio Celso Fredel, pela disposição, pela confiança e pela dedicação no desenvolvimento do trabalho.

Agradeço ao meu coorientador Prof. Dr.-Ing. Walter Lindolfo Weingaertner pelos acompanhamentos e esclarecimentos, mostrando o melhor caminho para prosseguir com o trabalho.

Aos colegas do CERMAT, pela amizade, pelo suporte e por proporcionarem grandes discussões ao longo deste trabalho: Rafaela do Vale Pereira, Ramon Ângelo Mezari, Rafael S. Floriani Pereira, Diego Vieira dos Santos, Rui Acácio Lima Neto e Pablo V. L. Fook. Em especial ao André Bittencourt Cabral, pelo auxílio às atividades realizadas para a continuidade do trabalho.

Aos colaboradores da Engenharia Mecânica, Edson Basto, Hélio Irineu José e Valtair Fabriciano Garcez, pelo fundamental apoio na realização das tarefas pertinentes a este trabalho.

À Universidade Federal de Santa Catarina e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, coordenadores e professores.

Enfim a todas as pessoas com as quais tive contato durante este mestrado e que colaboraram para a realização das tarefas.

"A coisa mais bela que podemos vivenciar é o mistério. Ele é fonte fundamental de toda verdadeira arte e de toda ciência. Aquele que não o conhece e não mais se maravilha, paralisado em êxtase, é como se estivesse morto: seus olhos estão fechados."

(Albert Einstein, 1930)

RESUMO

Este trabalho apresenta os resultados obtidos no desenvolvimento de compósitos diamantados produzidos por metalurgia do pó, via compactação a frio. Estes compósitos são dirigidos a operações de usinagem com ferramentas de geometria não-definida, em aplicações como, por exemplo, extração e o beneficiamento de rochas ornamentais, corte de concreto armado e retificação de porcelanato. Elaborou-se um delineamento experimental estatístico para a formulação de misturas de pós formadores de matriz metálica à base de níquel que, ao final de seu processamento, permitiu identificar a composição de maior densificação e maior limite de escoamento. Selecionada a composição para a matriz do compósito, um novo delineamento experimental foi realizado para investigar o efeito causado pelas adições de cromo-ferro, carbetos de cromo e molibdênio nas características tribológicas do compósito, assim como a influência do cromo como revestimento para os diamantes. A composição que apresentou os melhores resultados, a partir do delineamento experimental para o delineamento da matriz, foi a liga Ni – 28 %wt Co. O modelo experimental estatístico, obtido através do ensaio de desgaste, mostrou que o melhor desempenho na remoção de material foi alcançado com a adição de 4 % em peso de cromo-ferro à liga metálica inicialmente desenvolvida. No processamento dos compósitos, a pressão de compactação utilizada foi de 700 MPa, em matriz de dupla ação, sendo a sinterização realizada a temperatura de 1100 °C/60 minutos, sob atmosfera controlada. Os compósitos produzidos apresentaram boa dispersão dos elementos na matriz, com densidade relativa à teórica de aproximadamente 92 %. Os diamantes apresentaram estabilidade físico-química, não sendo perceptíveis indicações de grafitização, nas temperaturas utilizadas na sinterização. A matriz metálica mostrou uma boa ancoragem dos diamantes durante o ensaio de desgaste. Não foram encontradas diferenças significativas no ensaio de desgaste para o recobrimento do diamante com cromo. Os resultados obtidos apontam para a viabilidade do emprego dos compósitos produzidos como ferramentas diamantadas com geometria não-definida para o corte de materiais cerâmicos e pedras ornamentais de elevada dureza.

PALAVRAS-CHAVE: Sinterização níquel diamantado; metalurgia do pó; ferramental diamantado.

ABSTRACT

This work presents results obtained on the development of impregnated diamond tools produced by powder metallurgy (PM), using cold pressing technique. It's focused on the machining operations with undefined geometry cutting tool, such as mining and processing of natural stone, concrete sawing and grinding of ceramics tiles. Using a statistical design of experiment to provide a nickel based formulation, which, as a result, enabled the identification of the composition that provide highest densification and highest yield strength. After selecting the matrix composition, a new design of experiment was conducted to investigate the tribological effects of chromium-iron, chromium carbide and molybdenum on it, as well as the influence of the chromium coating on the diamonds. The results obtained in the design of experiment of densification and compression tests indicate that the alloy Ni – 28 %wt Co reached best properties. An experimental based statistic model, obtained by the wear experiment, showed that the best performance, in material removal, was achieved with additions of 4 %wt of chromium-iron on previously mentioned alloy. To the production of the diamond composites, the compaction pressure was 700 MPa, in a double action mould and the sintering temperature up to 1100 °C for 60 minutes, under controlled atmosphere. The produced composite presented a good dispersion of the elements, and achieved 92 % of the fully theoretical density. Also, the diamond grains presented good physical-chemical stability during the sintering process, showing no signs of graphitization. The diamond reached good adhesion on the metal matrix during the wear experiment. There were no significant statistically differences in the tribological experiment for the chrome coating. The results pointed out the viability to produce diamond tools with a nickel based matrix for the cutting of abrasive materials.

KEY-WORDS: Sintered nickel-diamond composites; Powder Metallurgy; Diamond tools.

LISTA DE FIGURAS

| | |
|---|-----------|
| FIGURA 1. REPRESENTAÇÃO DO CORTE COM FIO DIAMANTADO. | 32 |
| FIGURA 2. FIO DIAMANTADO: A) PRINCIPAIS COMPONENTES; B) VISTA EXPLODIDA. | 33 |
| FIGURA 3. PRINCIPAIS COMPONENTES DO ANEL DIAMANTADO. | 33 |
| FIGURA 4. FIO DIAMANTADO COM REVESTIMENTO: A) DO TIPO POLIMÉRICO; B) DO TIPO BORRACHA VULCANIZADA. | 34 |
| FIGURA 5. FRACTOGRAFIA DE UM ANEL DIAMANTADO FABRICADO POR METALURGIA DO PÓ | 36 |
| FIGURA 6. DIAMANTES UTILIZADOS EM ANÉIS DIAMANTADOS: A) DIAMANTE NATURAL; B) DIAMANTE ARTIFICIAL COM DOPAGEM DE NÍQUEL | 37 |
| FIGURA 7. MORFOLOGIAS ASSUMIDAS POR CRISTAIS DE DIAMANTE SINTÉTICO | 38 |
| FIGURA 8. DIAMANTES UTILIZADOS EM FERRAMENTAS DIAMANTADAS: A) MODIFICAÇÃO DA CAMADA PRÓXIMA À SUPERFÍCIE; B) AUSÊNCIA DE REAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DA SUPERFÍCIE. | 39 |
| FIGURA 9. DIAMANTES COM: A) DEPOSIÇÃO DE TITÂNIO POR CVD; B) DUPLA DEPOSIÇÃO DE TITÂNIO COM NÍQUEL | 40 |
| FIGURA 10. BARREIRA DIFUSIONAL ATRAVÉS DO RECOBRIMENTO DO DIAMANTE. | 41 |
| FIGURA 11. DIAMANTES EXTRAÍDOS DE COMPÓSITOS COM LIGANTE CONTENDO APROXIMADAMENTE 70 %WT DE FE: A) COBALITE CNF, SINTERIZADOS A 850 °C; B) COBALITE 60, SINTERIZADOS A 1100 °C | 41 |
| FIGURA 12. ALTURA DE PROTRUSÃO E INTERFACE DA MATRIZ COM O DIAMANTE. | 43 |
| FIGURA 13. DIAGRAMA DE FASE BINÁRIO ENTRE OS ELEMENTOS NÍQUEL E CROMO | 48 |
| FIGURA 14. DIAGRAMA DE FASE BINÁRIO ENTRE OS ELEMENTOS NÍQUEL E MOLIBDÊNIO | 49 |

| | |
|---|-----------|
| FIGURA 15. EFEITO DE UMA COLISÃO ENTRE O PÓ E AS ESFERAS DE MOAGEM..... | 51 |
| FIGURA 16. SEQUÊNCIA DE OPERAÇÕES MANUAIS NA PRODUÇÃO DAS AMOSTRAS A VERDE, MATRIZ FLUTUANTE DE COMPACTAÇÃO UNIAXIAL A FRIO COM DUPLO EFEITO. | 53 |
| FIGURA 17. MECANISMOS ENVOLVIDOS NA COMPACTAÇÃO... 53 | |
| FIGURA 18. TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO PARA DIFERENTES LIGAS COM BAIXO TEOR DE COBALTO..... | 55 |
| FIGURA 19. TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO PARA DIVERSOS TIPOS DE COBALTO..... | 55 |
| FIGURA 20. MECANISMOS DE REMOÇÃO DE MATERIAL COM PARTÍCULAS ABRASIVAS: A) A DOIS- CORPOS; B) A TRÊS CORPOS..... | 57 |
| FIGURA 21. ESTÁGIOS DE DESGASTE DO DIAMANTE. | 57 |
| FIGURA 22. MECANISMOS DE DESGASTES DA PARTÍCULA ABRASIVA..... | 58 |
| FIGURA 23. PRINCIPAIS ETAPAS PARA A REALIZAÇÃO DO DELINEAMENTO EXPERIMENTAL..... | 59 |
| FIGURA 24. ANÁLISE DE COMPONENTES PRINCIPAIS..... | 61 |
| FIGURA 25. DIAMANTE UTILIZADO NA FABRICAÇÃO DOS COMPÓSITOS, EVIDENCIANDO A COLORAÇÃO DOS GRÃOS. | 63 |
| FIGURA 26. MORFOLOGIA DOS GRÃOS DE DIAMANTES UTILIZADOS NA FABRICAÇÃO DOS COMPÓSITOS..... | 64 |
| FIGURA 27. MICROGRAFIA DO PÓ CONTENDO CARBETO DE CROMO, MOSTRANDO: A) DISTRIBUIÇÃO; B) FORMATO E TAMANHO DAS PARTÍCULAS..... | 65 |
| FIGURA 28. MICROGRAFIAS DA MISTURA DO PÓ DE NÍQUEL COM DE COBALTO NA PROPORÇÃO DE 70 %WT NI- 30 %WT CO..... | 66 |
| FIGURA 29. FLUXOGRAMA DE PRODUÇÃO DOS COMPÓSITOS DIAMANTADOS..... | 67 |
| FIGURA 30. TRATAMENTO TÉRMICO DE SINTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS.. | 68 |
| FIGURA 31. TRIBÔMETRO UTILIZADO PARA O ENSAIO DE DESGASTE..... | 72 |

| | |
|---|------------|
| FIGURA 32. APARATO EXPERIMENTAL PARA O ENSAIO DE DESGASTE..... | 73 |
| FIGURA 33. GRÁFICO DE TENSÃO-DEFORMAÇÃO DO ENSAIO DE COMPRESSÃO UNIAXIAL. | 84 |
| FIGURA 34. GRÁFICO DE RESÍDUOS DO MODELO DE RESPOSTA DA DENSIDADE RELATIVA À TEÓRICA..... | 87 |
| FIGURA 35. GRÁFICO DE RESÍDUOS DO MODELO DE RESPOSTA DO LIMITE DE ESCOAMENTO..... | 89 |
| FIGURA 36. GRÁFICO INTERATIVO DE PREVISÃO DE RESPOSTA DOS PARÂMETROS SELECIONADOS SOBRE AS PROPRIEDADES FINAIS DOS CORPOS DE PROVA. | 92 |
| FIGURA 37. MAPEAMENTO COMPOSICIONAL EVIDENCIANDO OS ELEMENTOS NÍQUEL E COBALTO DA LIGA NI - CO..... | 93 |
| FIGURA 38. LIGA DE 46 %WT NI-46 %WT CO-8 %WT CRFE SINTERIZADA A 1050°C. | 93 |
| FIGURA 39. MAPEAMENTO COMPOSICIONAL DA LIGA 46 %WT NI-46 %WT CO-8 %WT CRFE, SINTERIZADA A 1050°C..... | 94 |
| FIGURA 40. MAPEAMENTO COMPOSICIONAL DA LIGA 46 %WT NI - 46 %WT CO - 8 %WT CRFE, SINTERIZADA A 1050°C..... | 94 |
| FIGURA 41. LIGA DE NI-10 %WT CO -10 %WT CRFE SINTERIZADA A 950°C..... | 95 |
| FIGURA 42. ENSAIO DE COMPACTABILIDADE DA LIGA NÍQUEL-COBALTO EM FUNÇÃO DA PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO..... | 95 |
| FIGURA 43. ENSAIO DE COMPACTABILIDADE DA LIGA NÍQUEL COBALTO EM FUNÇÃO DA QUANTIDADE DE LUBRIFICANTE APÓS SINTERIZAÇÃO..... | 96 |
| FIGURA 44. MAPEAMENTO COMPOSICIONAL DA LIGA NI - 28 %WT CO, EVIDENCIANDO OS ELEMENTOS NÍQUEL E COBALTO..... | 98 |
| FIGURA 45. REGIÃO E DIREÇÃO DA ANÁLISE EM LINHA DA LIGA NI - 28 %WT CO..... | 99 |
| FIGURA 46. ESPECTRO DA ANÁLISE EM LINHA DA LIGA NI - 28 %WT CO..... | 99 |
| FIGURA 47. MAPEAMENTO COMPOSICIONAL DAS PARTÍCULAS DE CROMO-FERRO DA LIGA CO-27 %WT NI-4 %WT CRFE, EVIDENCIANDO O ELEMENTO CROMO..... | 100 |

| | |
|--|------------|
| FIGURA 48. MICROGRAFIA DA LIGA DE NI – 27 %WT CO - 4 %WT CRFE EVIDENCIANDO A DISTRIBUIÇÃO DAS PARTÍCULAS DE CRFE..... | 100 |
| FIGURA 49. MICROGRAFIA DA LIGA NI - 27 %WT CO - 4 %WT CR₃C₂ EVIDENCIANDO A PARTÍCULAS DE CARBETO DE CROMO..... | 101 |
| FIGURA 50. MAPEAMENTO COMPOSICIONAL EVIDENCIANDO O ELEMENTO CROMO DAS PARTÍCULAS DE CROMO-FERRO DA LIGA NI - 27 %WT CO - 4 %WT CR₃C₂..... | 101 |
| FIGURA 51. MAPEAMENTO COMPOSICIONAL DA LIGA NI - 26 %WT CO, 4 %WT CR₃C₂, 4 %WT MO EVIDENCIANDO O ELEMENTO MOLIBDÊNIO..... | 102 |
| FIGURA 52. FRACTOGRAFIA EVIDENCIANDO A DISTRIBUIÇÃO DOS DIAMANTES. LIGA NI – 27 CO – 4 CRFE..... | 102 |
| FIGURA 53. DIAMANTE SEM MODIFICAÇÕES NA SUPERFÍCIE. LIGA NI - 27 %WT CO - 4 %WT CRFE..... | 103 |
| FIGURA 54. DIAMANTE NÃO REVESTIDO APÓS ENSAIO DE DESGASTE CONTIDO NA LIGA NI – 26 %WT CO – 4 %WT CRFE..... | 104 |
| FIGURA 55. DIAMANTE NÃO REVESTIDO APÓS ENSAIO DE DESGASTE CONTIDO NA LIGA NI – 28 %WT CO..... | 104 |
| FIGURA 56. DIAMANTE NÃO REVESTIDO APÓS ENSAIO DE DESGASTE CONTIDO NA LIGA NI – 27 %WT CO - CRFE..... | 104 |
| FIGURA 57. DIAMANTE REVESTIDO APÓS ENSAIO DE DESGASTE CONTIDO NA LIGA NI – 28 %WT CO..... | 105 |
| FIGURA 58. MICRODUREZA DAS MATRIZES METÁLICAS DOS COMPÓSITOS UTILIZADOS NO ENSAIO DE DESGASTE..... | 106 |
| FIGURA 59. GRÁFICO DE RESÍDUOS DO MODELO DE RESPOSTA DA FERRAMENTA CONSUMIDA..... | 107 |
| FIGURA 60. GRÁFICO DE RESÍDUOS DO MODELO DE RESPOSTA DO MATERIAL REMOVIDO..... | 110 |
| FIGURA 61. GRÁFICO DE RESÍDUOS DO MODELO DE RESPOSTA DO DESEMPENHO DA FERRAMENTA..... | 112 |
| FIGURA 62. GRÁFICO INTERATIVO DE PREVISÃO DE RESPOSTA PARA O ENSAIO DE DESGASTE..... | 114 |
| FIGURA 63. ANÁLISE DE COMPONENTES PRINCIPAIS PARA O ENSAIO DE DESGASTE..... | 115 |

LISTA DE QUADROS

| | |
|--|----|
| QUADRO 1. PARÂMETROS DE CORTE COM FIO DIAMANTADO PARA DIVERSOS TIPOS DE ROCHA..... | 35 |
| QUADRO 2. CLASSIFICAÇÃO CONFORME AS CONCENTRAÇÕES DE DIAMANTE..... | 39 |
| QUADRO 3. PROPRIEDADE MECÂNICA DOS COMPÓSITOS EM FUNÇÃO DO REVESTIMENTO. | 42 |
| QUADRO 4. COMPOSIÇÃO DAS LIGAS COMERCIAIS DE BAIXO TEOR DE COBALTO. | 44 |
| QUADRO 5. PROPRIEDADES DOS PÓS DE COBALTO COMERCIAIS..... | 45 |
| QUADRO 6. PROPRIEDADES DAS LIGAS COMERCIAIS COM BAIXO TEOR DE COBALTO..... | 46 |
| QUADRO 7. CARACTERÍSTICAS DOS PÓS UTILIZADOS NA MOLDAGEM A FRIO. | 64 |
| QUADRO 8. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS PÓS CONTENDO CROMO..... | 65 |
| QUADRO 9. RESPOSTAS UTILIZADAS PARA O DELINEAMENTO EXPERIMENTAL DA MISTURA DO PÓS DA MATRIZ METÁLICA. 76 | 76 |
| QUADRO 10. VARIÁVEIS DE PROCESSAMENTO UTILIZADAS NO DELINEAMENTO EXPERIMENTAL..... | 76 |
| QUADRO 11. RESPOSTAS UTILIZADAS PARA O DELINEAMENTO EXPERIMENTAL PARA O ENSAIO DE DESGASTE..... | 80 |
| QUADRO 12. VARIÁVEIS DE ENTRADA NO DELINEAMENTO EXPERIMENTAL PARA O ENSAIO DE DESGASTE..... | 80 |
| QUADRO 13. RESULTADOS DE DENSIDADE A VERDE NO DESENVOLVIMENTO DA MATRIZ METÁLICA À BASE DE NÍQUEL..... | 83 |
| QUADRO 14. OS RESULTADOS DAS RESPOSTAS PARA O DESENVOLVIMENTO DE UMA MATRIZ À BASE DE NÍQUEL..... | 85 |
| QUADRO 15. ANÁLISE DE VARIÂNCIA DE RESPOSTA DA DENSIDADE RELATIVA À TEÓRICA. | 86 |
| QUADRO 16. ESTIMATIVA DOS PARÂMETROS DE RESPOSTA DA DENSIDADE RELATIVA À TEÓRICA. | 87 |

| | |
|---|------------|
| QUADRO 17. INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS SIGNIFICANTES NOS PARÂMETROS DE RESPOSTA DENSIDADE RELATIVA À TEÓRICA..... | 88 |
| QUADRO 18. ANÁLISE DE VARIÂNCIA DE RESPOSTA DO LIMITE DE ESCOAMENTO..... | 89 |
| QUADRO 19. ESTIMATIVA DOS PARÂMETROS DE RESPOSTA DO LIMITE DE ESCOAMENTO. | 90 |
| QUADRO 20. INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS SIGNIFICANTES NOS PARÂMETROS DE RESPOSTA DO LIMITE DE ESCOAMENTO..... | 91 |
| QUADRO 21. DENSIDADE DOS COMPÓSITOS PRODUZIDOS PARA O ENSAIO DE DESGASTE. | 97 |
| QUADRO 22. ANÁLISE DE VARIÂNCIA DE RESPOSTA DA FERRAMENTA CONSUMIDA. | 107 |
| QUADRO 23. ESTIMATIVA DOS PARÂMETROS DE RESPOSTA DA FERRAMENTA CONSUMIDA. | 108 |
| QUADRO 24. INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS SIGNIFICANTES NOS PARÂMETROS DE RESPOSTA DA FERRAMENTA CONSUMIDA... .. | 109 |
| QUADRO 25. ANÁLISE DE VARIÂNCIA DE RESPOSTA DO MATERIAL REMOVIDO..... | 109 |
| QUADRO 26. ESTIMATIVA DOS PARÂMETROS DE RESPOSTA DO MATERIAL REMOVIDO..... | 110 |
| QUADRO 27. INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS SIGNIFICANTES NOS PARÂMETROS DE RESPOSTA DO MATERIAL REMOVIDO..... | 111 |
| QUADRO 28. ANÁLISE DE VARIÂNCIA DE RESPOSTA DO DESEMPENHO DA FERRAMENTA..... | 111 |
| QUADRO 29. ESTIMATIVA DOS PARÂMETROS DE RESPOSTA DO DESEMPENHO DA FERRAMENTA..... | 113 |
| QUADRO 30. INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS SIGNIFICANTES NOS PARÂMETROS DE RESPOSTA DO DESEMPENHO DA FERRAMENTA..... | 113 |

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

| | |
|------------|---|
| σ_y | Limite de Escoamento |
| σ_r | Limite de Resistência |
| %wt | Percentual em Peso |
| ABIROCHAS | Associação Brasileira da Indústria de Rochas Ornamentais |
| ABNT | Associação Brasileira de Normas Técnicas |
| AISI | <i>American Iron and Steel Institute</i> (Instituto Americano de Ferro e Aço) |
| ASTM | <i>American Society for Testing and Materials</i> (Sociedade Americana para Materiais e Testes) |
| ANOVA | Análise de Variância. |
| BSE | <i>Backscattered Electrons</i> (Elétrons Retro-espalhados) |
| CAPES | Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior |
| CERMAT | Núcleo de Pesquisa em Materiais Cerâmicos e Compósitos |
| CERTBIO | Laboratório de Avaliação e Desenvolvimento de Biomateriais |
| CERTI | Centros de Referência em Tecnologias Inovadoras |
| CETEMAG | Centro Tecnológico do Mármore e Granito |
| CFC | Cúbico de Face Centrada |
| CNPQ | Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico |

| | |
|--------------------------------|--|
| Co | Cobalto |
| CP | Compactação a Frio |
| Cr | Cromo |
| Cr ₃ C ₂ | Carbeto de Cromo |
| Ct | Carat (Quilate) |
| Cu | Cobre |
| CVD | <i>Chemical Vapor Deposition</i> (Deposição Química de Vapor) |
| EDX | Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raio-X |
| Fe | Ferro |
| FEPA | <i>Federation of European Producers of Abrasives</i> (Federação Europeia dos Produtores de Abrasivos) |
| GL | Graus de Liberdade |
| Hg | Mercúrio |
| HIP | <i>Hot Isostatic Pressing</i> (Compactação Isostática a Quente) |
| HP | <i>Hot Pressing</i> (Compactação a Quente) |
| HRB | Dureza Rockwell B |
| LE | Limite de Escoamento |
| LMP | Laboratório de Mecânica de Precisão |
| LPM | Laboratório de Propriedades Mecânicas |
| MEV | Microscópio Eletrônico de Varredura |

| | |
|------------------------|--|
| Mn | Manganês |
| MO | Microscópio Ótico |
| Mo | Molibdênio |
| MPIF | <i>Metal Powder Industries Federation</i> (Federação das Indústrias de Metalurgia do Pó) |
| MQ | Média dos Quadrados |
| NBR | Norma Brasileira segundo ABNT |
| Ni | Níquel |
| NiC, Ni ₃ C | Carbeto de Níquel |
| PC | <i>Principal Component</i> (Componente Principal) |
| PCA | <i>Principal Component Analysis</i> (Análise de Componentes Principais) |
| rpm | Rotações Por Minuto |
| SE | <i>Secondary Electrons</i> (Elétrons Secundários) |
| SiC | Carbeto de Silício |
| Sn | Estanho |
| SQ | Soma dos Quadrados |
| Ti | Titânio |
| TiC | Carbeto de Titânio |
| Ts | Temperatura de Sinterização |
| USICON | Laboratório de Usinagem e Comando Numérico |

| | |
|-------------|---|
| VITROCER | Laboratório de Materiais Vitrocerâmicos |
| W | Tungstênio |
| WC | Carbeto de Tungstênio |
| Y_2O_3 | Óxido de Ítrio |
| ρ_m | Densidade Medida |
| ρ_r | Densidade Relativa |
| ρ_{rV} | Densidade Relativa a Verde |

GLOSSÁRIO

| | |
|--------------------------------------|---|
| <i>Color maps</i> | Mapeamento composicional ou mapeamento em cor. |
| Dressagem | Dressagem ou <i>Dressing</i> : é uma reafiação ou avivamento dos grãos abrasivos do rebolo. |
| FSSS | A técnica FSSS (<i>Fisher sub-sieve sizer</i>) consiste na determinação do tamanho médio das partículas dos pós através da permeabilidade dos mesmos, em ar. |
| <i>Fickert</i> | Pedra abrasiva, utilizada no brunimento rotativo, para o polimento de rochas ornamentais e cerâmicas de revestimento. |
| Protusão | Ação que leva a ocorrência de protuberâncias. |
| <i>Principal component analyses</i> | A Análise de Componentes (PCA) é uma transformação ortogonal para converter um conjunto de observações de variáveis possivelmente correlacionadas a um conjunto de valores de variáveis linearmente descorrelacionadas. |
| <i>Sputtering</i> | Pulverização catódica. |
| <i>Screening ou Screening design</i> | É um método estatístico, dentro do <i>Design of Experiments</i> , que prioriza a investigação (<i>screening</i>) dos fatores que têm maior efeito no resultado do processo. |
| Travertino | Rocha ornamental de cor clara classificada como mármore, com grandes poros, formada principalmente de calcita (CaCO_3) com aragonita (CaCO_3) e dolomita [$\text{MgCa}(\text{CO}_3)_2$]. [1] |

SUMÁRIO

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1 | INTRODUÇÃO..... | 27 |
| 1.1 | JUSTIFICATIVA | 27 |
| 1.2 | OBJETIVOS | 29 |
| 1.2.1 | Objetivos Específicos | 29 |
| 2 | REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 31 |
| 2.1 | FIO DE ANÉIS DIAMANTADOS | 32 |
| 2.1.1 | Anéis Diamantados | 35 |
| 2.1.2 | O Diamante | 36 |
| 2.1.3 | Matriz Metálica..... | 42 |
| 2.1.3.1 | Ligantes metálicos para ferramentas diamantadas | 43 |
| 2.1.3.2 | Ligas à base de níquel | 46 |
| 2.2 | METALURGIA DO PÓ..... | 50 |
| 2.2.1.1 | Sintetização por Atrição Mecânica | 50 |
| 2.2.2 | Moldagem de pós por compactação uniaxial a frio..... | 51 |
| 2.2.3 | Tratamento térmico de sinterização..... | 54 |
| 2.3 | PROCESSO DE DESGASTE NOS ANÉIS DIAMANTADOS | 56 |
| 2.4 | DELINEAMENTO EXPERIMENTAL | 59 |
| 2.5 | ANÁLISE DE COMPONENTES PRINCIPAIS | 61 |
| 3 | METODOLOGIA E APARATO EXPERIMENTAL..... | 63 |
| 3.1 | MATÉRIAS-PRIMAS | 63 |
| 3.1.1 | Diamante | 63 |
| 3.1.2 | Pós metálicos | 64 |
| 3.1.3 | Contra-corpos de prova de porcelanato..... | 66 |
| 3.2 | PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS | 67 |
| 3.2.1 | Mistura dos pós..... | 67 |
| 3.2.2 | Moldagem por compactação uniaxial..... | 68 |
| 3.2.3 | Tratamento térmico de sinterização..... | 68 |
| 3.3 | MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO | 69 |
| 3.3.1 | Densidade | 69 |
| 3.3.2 | Ensaio de microdureza..... | 70 |
| 3.3.3 | Microscopia eletrônica | 70 |
| 3.3.4 | Ensaio de compressão | 71 |
| 3.3.5 | Ensaio de desgaste..... | 72 |
| 3.4 | DESENVOLVIMENTO DA MATRIZ METÁLICA À BASE DE NÍQUEL..... | 75 |
| 3.4.1 | Delineamento experimental para o desenvolvimento da matriz metálica..... | 75 |
| 3.4.2 | Estudo da compactabilidade dos pós..... | 77 |
| 3.5 | DESENVOLVIMENTO DOS COMPÓSITOS DIAMANTADOS PARA O ENSAIO DE DESGASTE | 78 |
| 3.5.1 | Delineamento experimental para o ensaio de desgaste..... | 79 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 4 | RESULTADOS E DISCUSSÕES | 83 |
| 4.1 | DESENVOLVIMENTO DA MATRIZ METÁLICA À BASE DE NÍQUEL | 83 |
| 4.1.1 | Delineamento experimental de mistura para o desenvolvimento da matriz metálica | 83 |
| 4.1.1.1 | Delineamento experimental estatístico gerado pela resposta da densidade relativa à teórica | 86 |
| 4.1.1.2 | Delineamento experimental estatístico gerado pela resposta do limite escoamento | 88 |
| 4.1.1.3 | Gráfico interativo de previsão de resposta | 91 |
| 4.1.2 | Análise microestrutural para o desenvolvimento da matriz metálica | 92 |
| 4.1.3 | Estudo da compactabilidade dos pós de níquel-cobalto | 95 |
| 4.2 | DESENVOLVIMENTO DOS COMPÓSITOS DIAMANTADOS PARA O ENSAIO DE DESGASTE | 97 |
| 4.2.1 | Análises microestrutural | 98 |
| 4.2.1.1 | Análise microestrutural das ligas fabricadas para o ensaio de desgaste | 98 |
| 4.2.1.2 | Análise microestrutural dos compósitos fabricados | 102 |
| 4.2.1.3 | Análise microestrutural dos diamantes após ensaio de desgaste | 103 |
| 4.2.1.4 | Ensaio de microdureza das ligas desenvolvidas | 105 |
| 4.2.2 | Delineamento experimental para o ensaio de desgaste | 106 |
| 4.2.2.1 | Delineamento experimental estatístico gerado pela resposta do consumo de ferramenta | 106 |
| 4.2.2.2 | Delineamento experimental estatístico gerado pela resposta da remoção de material | 109 |
| 4.2.2.3 | Delineamento experimental estatístico gerado pela resposta do desempenho da ferramenta | 111 |
| 4.2.2.4 | Gráfico interativo de previsão de resposta para o ensaio de desgaste | 113 |
| 4.2.2.5 | Análise de Componentes Principais para o ensaio de desgaste | 115 |
| 5 | CONCLUSÕES | 117 |
| 5.1 | SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS | 118 |
| 6 | REFERÊNCIAS | 121 |
| | APÊNDICE | 127 |
| 6.1 | APÊNDICE 1 – ENSAIO MICROESTRUTURAL DOS COMPÓSITOS APÓS ENSAIO DE DESGASTE | 128 |

1 INTRODUÇÃO

No Brasil, uma significativa parte das empresas beneficiadoras de rochas ornamentais ainda utiliza o corte por tear com granalha de aço na fabricação das placas de rochas, embora haja uma tendência para o corte por fio diamantado em substituição aos métodos clássicos. Quando comparada com os métodos tradicionais, a técnica de corte por fio diamantado possui inúmeras vantagens, tais como: corte com maior produtividade, melhor aproveitamento da rocha, corte mais preciso e menor produção de resíduos provenientes da operação de corte.

O grande entrave na utilização desta tecnologia é que não existem fornecedores de fios diamantados no Brasil e por serem consideradas como ferramentas sofrem altas taxações alfandegárias, chegando ao Brasil com um preço médio muito maior ao praticado no mercado internacional. O investimento na nacionalização desta tecnologia é fundamental para reduzir os custos de pedras ornamentais mantendo a qualidade do produto.

Esta dissertação tem como escopo o desenvolvimento de compósitos diamantados com matriz a base de níquel, produzidos por metalurgia do pó via compactação a frio, dirigidos a operações de usinagem com ferramentas de geometria não-definida.

O presente trabalho foi incentivado pelo projeto de desenvolvimento de tecnologias para o corte de pedras ornamentais e pelo projeto de análise e simulação do processo de polimento de porcelanato, financiado pelo programa Bragecrim CAPES - CNPQ. As atividades foram realizadas no Laboratório do Núcleo de Pesquisa em Materiais Cerâmicos e Compósitos (CERMAT), com orientação do professor Márcio Celso Fredel e no Laboratório de Mecânica de Precisão (LMP), com coorientação do professor Walter Lindolfo Weingaertner.

1.1 JUSTIFICATIVA

O mercado de rochas ornamentais brasileiro movimentou cerca de 9,3 milhões de toneladas no ano de 2012, com variação de 3,3 % frente a 2011. Estima-se que no ano de 2012 foram instalados cerca de 100 teares multifios diamantados, aumentando a capacidade de beneficiamento ao equivalente a aproximadamente 350 teares convencionais multilâminas de aço (ABIROCHAS, 2013a). Do total de placas de rochas comercializadas, estima-se que em 2009 apenas 5 %

das placas tenham sido obtidas por teares de multifios diamantados, já no ano de 2010 e 2011 esses números subiram, respectivamente, para 10 e 20 % do total de placas produzidas por esta técnica (ABIROCHAS, 2012).

Estes números demonstram que, na fabricação das placas de rochas, uma significativa parte das empresas beneficiadoras de rochas ornamentais ainda utiliza o corte por tear com granalha de aço, mas também que há uma forte tendência para que o corte de fio diamantado substitua os métodos clássicos de beneficiamento da rocha.

Ainda que seja crescente a utilização dos compósitos diamantados no Brasil, principalmente no beneficiamento de rochas ornamentais e na construção civil, não existem fornecedores de fios diamantados no país. E grande parte dos fios importados provém da Itália e China (SPÍNDOLA; GUERREIRO; BAZAN, 2010).

Um estudo econômico realizado pela CERTI (2009) mostrou que o preço do fio diamantado praticado no mercado internacional (Itália) aproxima-se a US\$ 60,00 por metro de ferramenta e que, por ser considerada como ferramenta, sofre altas taxações alfandegárias, chegando ao Brasil com um preço médio de US\$ 150,00. Se a ferramenta tivesse no Brasil o custo do valor praticado no mercado internacional, o custo do processo de corte com fio diamantado, principalmente para rochas com durezas mais elevadas, equiparar-se-ia ao custo do processo de corte com tear convencional (CERTI, 2009).

A matriz metálica dos compósitos diamantados comerciais é essencialmente composta por cobalto puro ou ligada ao ferro e ao cobre. Com a falta de recursos e a grande instabilidade do preço do cobalto no mercado internacional, as indústrias produtoras de ferramentas diamantadas estão à procura de novas alternativas para substituir o cobalto, de forma parcial ou até mesmo de forma integral (ŻAK-SZWED; KONSTANTY; RATUSZEK, 2009). O níquel apresenta propriedades similares ao cobalto, normalmente podendo ser utilizado como seu substituto. Em comparação entre as ligas desses elementos, a maior diferença é uma pequena perda de resistência a quente nas ligas de níquel, contudo, isto não é problema, pois não é requerida resistência a altas temperaturas no corte de rochas ornamentais. Esta substituição é bem difundida nas ferramentas de metal duro e já conta com ligas comerciais, entretanto, a substituição do cobalto pelo níquel no fio diamantado não é muito difundida, existindo poucos trabalhos realizados nesse sentido (nenhum artigo ou livro científico foi encontrado).

Fica evidente que a nacionalização desta tecnologia corrobora com o aumento da competitividade da indústria nacional de rochas ornamentais, assim como, o desenvolvimento de materiais substitutos ao cobalto têm grande importância econômica e estratégica na produção de ferramentas diamantadas. Tendo em vista essas considerações, o presente trabalho visa dar contribuições no desenvolvimento de compósitos diamantados à base de níquel, adotando a rota de metalurgia do pó por compactação a frio.

1.2 OBJETIVOS

O objetivo principal do presente trabalho é o desenvolvimento de um compósito diamantado de matriz à base de níquel, via compactação uniaxial de pós, com ênfase na otimização do ancoramento do diamante na matriz.

1.2.1 Objetivos Específicos

- Formular com apoio de ferramentas estatísticas, um conjunto de composições para o compósito diamantado à base de níquel.
- Identificar com o apoio de ferramentas estatísticas, os valores dos parâmetros de processamento, via compactação uniaxial a frio, que conduzem à maior densificação e ao maior limite de escoamento para as composições obtidas.
- Conduzir um estudo tribológico experimental estatístico sobre o efeito causado pela adição de cromo no compósito à base de níquel através de ensaio de desgaste, com tribômetro tipo pino-disco.
- Avaliar a influência das adições de Mo, CrFe e Cr_3C_2 no comportamento tribológico dos compósitos desenvolvidos, submetendo-os a ensaios de desgaste em tribômetro pino-disco.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O mármore e o granito compreendem noventa por cento de todas as rochas ornamentais produzidas no mercado mundial (FILHO, 2001).

O mármore é uma rocha natural de origem metamórfica, ou seja, formada pela reação de outros tipos de rochas. Sua composição é formada principalmente de calcita e dolomita (ABIROCHAS, 2013b). Por sua origem metamórfica o mármore possui elevada porosidade. A calcita, presente em maior quantidade, apresenta 3 Mohs de dureza, enquanto o mineral dolomita apresenta 3,5 a 4 Mohs de dureza (SAMPAIO; ALMEIDA, 2008).

O granito, de origem ígnea, é uma rocha silicática, no setor de rochas ornamentais e de revestimento. O termo granito também nomeia outras rochas silicáticas, além do próprio granito. Esta designação abrange os monzonitos, granodioritos, charnockitos, sienitos, dioritos e os basaltos (ABIROCHAS, 2013c). Os granitos possuem uma ampla variação de composições mineralógicas, sendo predominantemente constituídos de: quartzo, feldspato, mica e anfibólio (ABIROCHAS, 2013c). Com exceção do quartzo, que apresenta uma dureza de 7 Mohs, e da mica, com dureza de 3 Mohs, esses minerais constituintes do granito apresentam dureza entre 5 e 6 Mohs.

Devido a sua composição, o granito apresenta uma elevada abrasividade, elevada dureza e maior resistência mecânica, em comparação ao mármore.

Segundo Regadas (2006), as tecnologias de lavra nas minas de rochas ornamentais, denominadas tradicionais, são divididas em dois grupos: as cíclicas e as contínuas.

As lavras tradicionais, denominadas cíclicas, contemplam as técnicas que removem os blocos de rochas de forma cíclica, por meio de sucessões de diversas operações. Estas tecnologias baseiam-se, principalmente, na técnica de perfuração, com o emprego, ou não, de explosivos, massas expansivas ou cunhas. Já as lavras tradicionais contínuas contemplam as demais técnicas em que não há o uso predominante da perfuração, compreendendo o corte com fio helicoidal, por chama (*Jet Flame*) e com corrente (REGADAS, 2006).

Há aproximadamente 30 anos foi desenvolvido o corte por fios diamantados para o corte de rochas para substituir os métodos tradicionais (TONSHOFF; HILLMANN-APMANN, 2002).

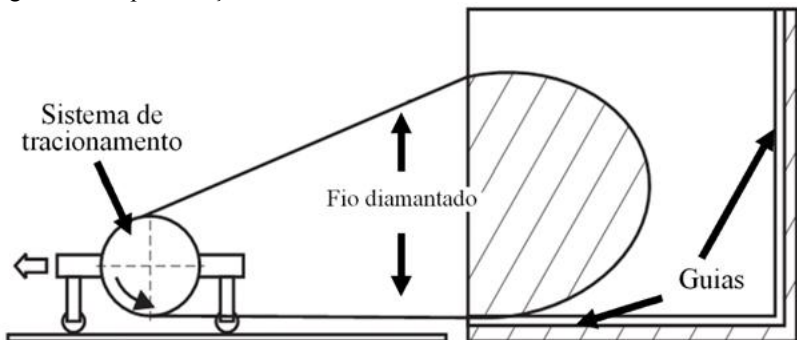
Atualmente os métodos tradicionais de corte estão sendo substituídos, com muitas vantagens, pelo corte com fios diamantados na extração do bloco via monofio e no beneficiamento do bloco de rocha

em placas pela técnica de multifios. Em comparação aos métodos tradicionais de transformação do bloco em placas, o corte com fio diamantado gera na ordem de 60 % menos resíduos, consome menos energia, corta a rocha em média 16 vezes mais rápido, proporciona um acabamento da superfície cortada superior (redução de 30 % em material e tempo na etapa subsequente de polimento) e tem um melhor aproveitamento da peça (CERTI, 2009).

O cabo é emendado nas extremidades formando um fio contínuo. Esse cabo é acionado por um motor guiado por polias que mantêm o cabo tracionado sobre a superfície de corte e levemente solto no retorno. O sistema de tracionamento é montado em cima de trilhos para que o cabo permaneça esticado adequadamente durante o corte. A água é utilizada como meio lubri-refrigerante e como meio de transporte do cavaco (MACHADO, 2009).

Segundo Konstanty (2005), para iniciar um corte na extração de blocos é necessário providenciar uma furação para a introdução do fio. Pelo emprego de dispositivos com polias, introduzidos nos furos com aproximadamente 200 mm de diâmetro, é possível efetuar cortes em direções normais e paralelas à parede (KONSTANTY, 2005). A Figura 1 mostra esquematicamente a extração do bloco de rocha, onde são identificados o fio diamantado, o sistema de tracionamento e as guias de corte.

Figura 1. Representação do corte com fio diamantado.



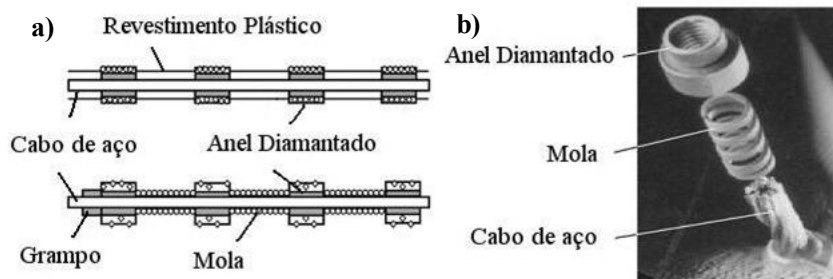
Fonte: adaptado de (KONSTANTY, 2005).

2.1 FIO DE ANÉIS DIAMANTADOS

O fio de anel diamantado é constituído por um cabo de aço sobre o qual são montados anéis diamantados uniformemente espaçados

através de molas helicoidais e/ou de materiais poliméricos (DIAMANT BOART, 2013). Os espaçadores impedem que os anéis diamantados girem em torno do cabo de aço (MACHADO, 2009). As Figura 2.a e 2b, respectivamente, mostram as principais partes do fio diamantado e a vista explodida da montagem do anel diamantado no cabo de aço.

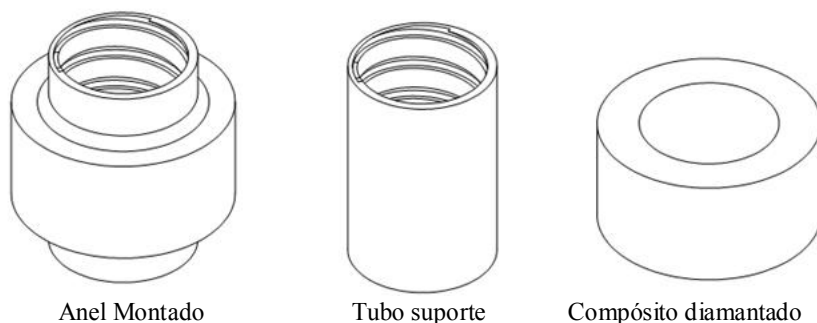
Figura 2. Fio Diamantado: a) Principais componentes; b) Vista explodida.



Fonte: (TONSHOFF; HILLMANN-APMANN, 2002).

Como se observa na Figura 3, o suporte do anel diamantado é realizado através de um tubo de aço rosqueado. A função do tubo suporte é de resistir mecanicamente às forças envolvidas no corte, além de ter uma boa ductilidade para suportar a fixação da ferramenta diamantada (MACHADO, 2009).

Figura 3. Principais componentes do anel diamantado.



Fonte: adaptado de (CERTI, 2009).

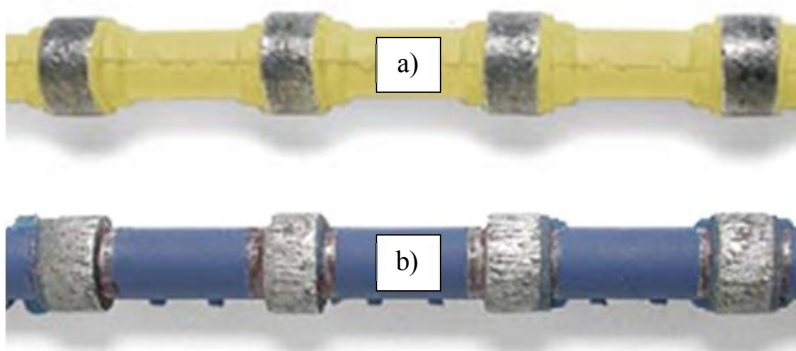
O cabo de aço tem a função de sustentar a ferramenta diamantada e suportar as trações no corte. Esse cabo é geralmente constituído de um aço inoxidável do tipo AISI 316 (OLIVEIRA; FILGUEIRA, 2008).

A fixação dos anéis diamantados no cabo de aço é realizada através da injeção de elementos poliméricos entre os tubos rosqueados com o cabo ou, no caso da utilização de molas, a fixação é realizada através de grampos (DIAMANT BOART, 2013).

O revestimento do cabo de aço é de grande importância no fio diamantado. Ele auxilia na condução dos cavacos gerados no corte, protege o cabo de aço contra o desgaste e atua como meio fixador do anel diamantado no cabo de aço (WEBER, 2005). O material utilizado no revestimento do cabo de aço varia de acordo com o tipo da rocha a ser cortada (DIAMANT BOART, 2013).

Existem dois tipos básicos de revestimento, sendo eles: o polímero e a borracha, respectivamente representados nas Figura 4.a e 4.b. Por funcionar como uma barreira entre o metal do cabo e o fluido de corte (água), o revestimento permite também uma maior proteção do cabo de aço contra corrosão. O polímero é utilizado para o corte de rochas com ou sem quartzo, como mármore e granito. O revestimento de borracha resiste melhor ao aumento de temperatura, ocasionado por eventuais falhas na lubri-refrigeração, e é mais flexível, reduzindo a ovalização da ferramenta, sendo utilizada para o corte de rochas duras, como o granito e arenito (DIAMANT BOART, 2013; WEBER, 2006).

Figura 4. Fio diamantado com revestimento: a) do tipo polimérico; b) do tipo borracha vulcanizada.



Fonte: (DIAMANT BOART, 2013).

Algumas aplicações empregam o cabo sem revestimento polimérico. Nesses casos, utilizam-se molas para garantir o espaçamento entre os anéis. A utilização da mola é geralmente empregada para o corte de rochas menos duras, sem quartzo, como o mármore, calcário e

travertino. A fixação dos anéis no cabo com molas é feita por grampos espaçados a cada três ou quatro anéis (DIAMANT BOART, 2013).

A velocidade do fio e de corte depende do tipo de rocha a ser cortada. No Quadro 1, estão os principais parâmetros utilizados no corte com fio diamantado para diversos tipos de rocha (KONSTANTY, 2005).

A taxa de material removido é normalmente dada pelo volume de material em função do tempo, entretanto, devido às particularidades da indústria de corte por fio diamantado, esta propriedade corresponde a área de material removido por hora (m^2/h). Isso pode ser explicado pelo fato de que quando se compara a produtividade dos fios diamantados, procura-se utilizar a ferramenta que produza a maior área cortada por unidade de tempo. Além disso, na operação de corte com fio diamantado, a altura de corte é constante e é relativamente muito menor do que as outras dimensões de corte.

Quadro 1. Parâmetros de corte com fio diamantado para diversos tipos de rocha.

| <i>Tipo de rocha</i> | <i>Anéis / metro de fio</i> | <i>Velocidade linear do fio [m/s]</i> | <i>Taxa de remoção de material [m²/h]</i> |
|----------------------------------|-----------------------------|---------------------------------------|--|
| Granito (com alta % de quartzo) | 37-40 | 19-23 | 1-3 |
| Granito (com baixa % de quartzo) | 30-39 | 23-28 | 3-5 |
| Mármore | 27-30 | 30-40 | 6-8 |
| Travertino | 27-30 | 40-45 | 8-9 |

Fonte: (KONSTANTY, 2005).

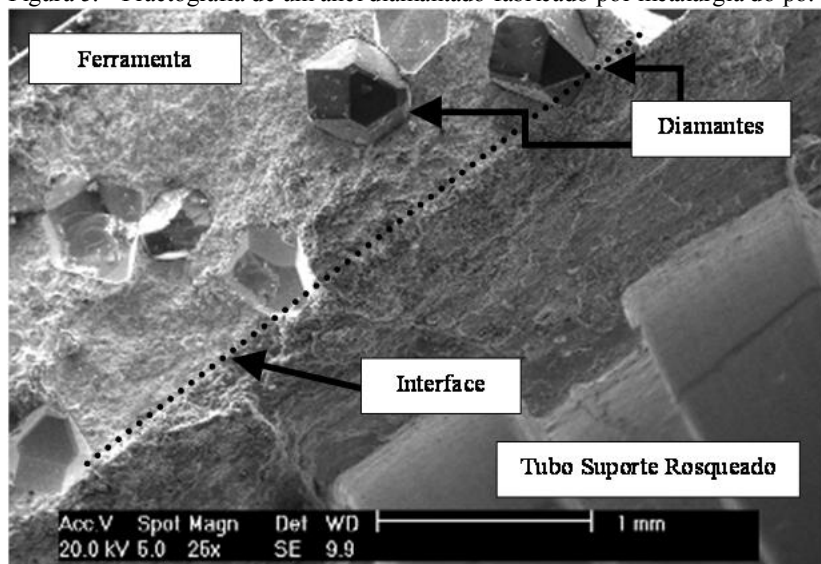
2.1.1 Anéis Diamantados

As principais técnicas de fabricação dos anéis diamantados, para o corte de rochas ornamentais, podem ser divididas em três grandes

áreas: a metalurgia do pó, a eletrodeposição e a brasagem a vácuo (KONSTANTY, 2005).

Os anéis diamantados (ou pérolas diamantadas), fabricados por metalurgia do pó, são constituídos por grãos de diamantes uniformemente distribuídos em uma matriz metálica. Esta matriz tem a função de reter os diamantes para que os mesmos cumpram a função de corte das rochas ornamentais (MACHADO, 2009). A Figura 5 mostra uma fractografia de um anel diamantado, fabricada por metalurgia do pó, onde é possível observar a ferramenta, o tubo suporte e os diamantes encravados na matriz.

Figura 5. Fractografia de um anel diamantado fabricado por metalurgia do pó.



Fonte: (MACHADO, 2009).

2.1.2 O Diamante

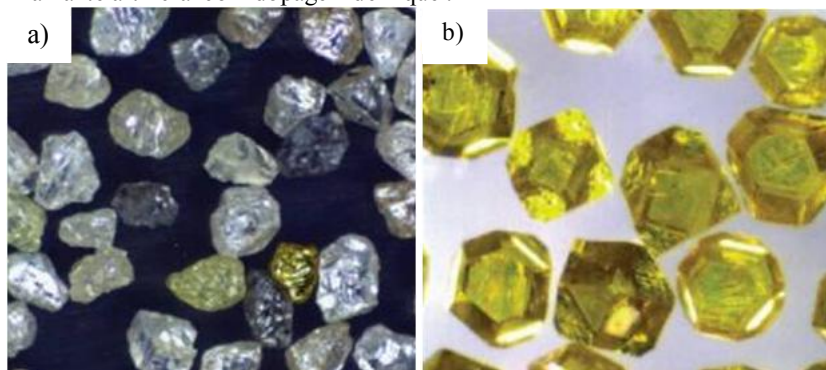
O diamante natural tem sido utilizado há centenas de anos em ferramentas de corte. A utilização do diamante sintético teve seu início de utilização na década de 1950, porém sua utilização foi mais difundida após o desenvolvimento da técnica de fabricação industrial do diamante, nos anos 70 (CLARK; SEN, 1998).

O diamante utilizado na fabricação dos anéis diamantados para o corte de rochas ornamentais é do tipo sintético monocristalino e suas

características são comparáveis às do diamante natural. Contudo, a estabilidade térmica do diamante natural é superior ao sintético; enquanto o diamante artificial suporta ao ar temperaturas próximas a 800 °C, o diamante natural suporta temperaturas superiores a 1400 °C (KONSTANTY, 2005).

Como se pode observar nas micrografias óticas da Figura 6, a coloração do diamante artificial difere do natural, podendo assumir cores que vão do amarelo ao verde. A cor resulta dos parâmetros de processamento do diamante e da dopagem por elementos químicos necessários a sua fabricação (COLLINS; KANDA; KITAWAKI, 2000; YELISSEYEV *et al.*, 2002).

Figura 6. Diamantes utilizados em anéis diamantados: a) Diamante natural; b) Diamante artificial com dopagem de níquel.



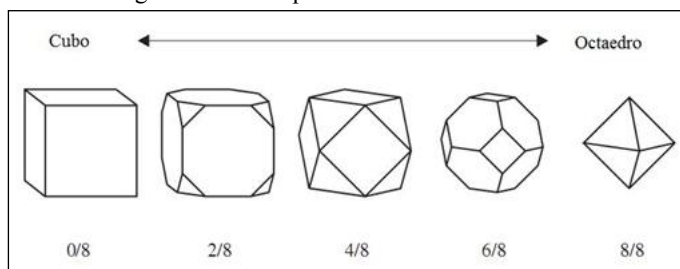
Fonte: (KONSTANTY, 2005). Tamanho de partícula estimado de 150 a 500 μm .

Os diamantes fabricados pelo sistema convencional de alta pressão e alta temperatura possuem basicamente dois tipos de planos de crescimento, o plano cúbico $\{100\}$ e o plano octaédrico $\{111\}$. A morfologia dos cristais de diamantes muda conforme o plano de crescimento, sendo dependente da temperatura e pressão utilizada na fabricação do diamante (BAILEY; HEDGES, 1995 apud KONSTANTY, 2005).

O avanço na tecnologia de classificação dos diamantes permitiu que os mesmos fossem distribuídos em diversas classes, com uma grande variedade de tamanhos, formas, pureza e grau de seleção.

A Figura 7 mostra as possíveis morfologias que o diamante pode assumir no sistema cubo-octaédrico.

Figura 7. Morfologias assumidas por cristais de diamante sintético.



Fonte: (KONSTANTY, 2005).

Uma classe de diamantes, com a função voltada exclusivamente para a fabricação de ferramentas de corte diamantadas, é a dos grãos monocristalinos fraturados. Em comparação com os diamantes monocristalinos inteiros, os diamantes fraturados possuem um poder de corte maior, porém com uma resistência mecânica e ao desgaste menor (IYENGAR; CORBIN; HARTLINE, 2007). Isto se deve ao fato de que os diamantes irregulares possuem uma melhor fixação na matriz e em contrapartida, os diamantes não fraturados possuem formatos mais regulares que aumentam sua resistência mecânica (KONSTANTY, 2005).

Em ferramentas diamantadas, o aumento da concentração de diamantes aumenta a vida da ferramenta, no entanto, o arrancamento prematuro dos diamantes também aumenta. Esse arrancamento é proporcional à concentração de diamantes e inversamente proporcional ao tamanho médio das partículas de diamante (KONSTANTY, 2005). Uma baixa concentração de diamantes também pode ocasionar o arrancamento prematuro das partículas de diamante, sendo necessário adequar a concentração de diamantes para minimizar esse arrancamento (KONSTANTY, 2005).

A classificação da concentração de diamantes corresponde às recomendações da FEPA (*Federation of European Producers of Abrasives*), onde a concentração de abrasivos na ferramenta é dada pela razão entre a massa do diamante em quilates (1 quilate = 0,2 gramas) e o volume de abrasivo ocupado em um centímetro cúbico. De acordo com as normas da FEPA, a concentração de diamantes varia linearmente, conforme a designação recebida, onde uma concentração de C100 corresponde a $4,4 \text{ ct/cm}^3$. O Quadro 2 mostra a classificação de diferentes concentrações de diamantes conforme à norma FEPA, bem como seu volume ocupado na ferramenta.

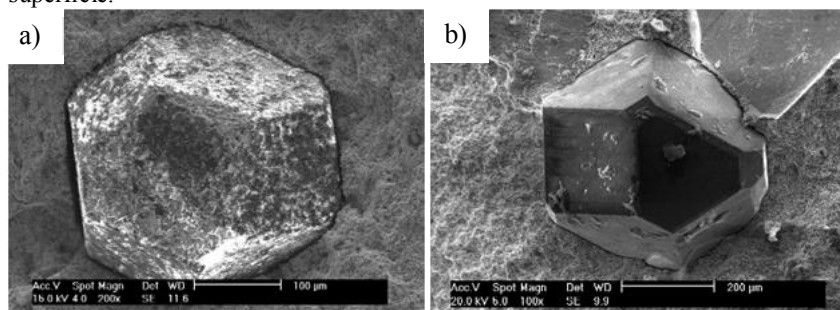
Quadro 2. Classificação conforme as concentrações de diamante.

| Classificação Norma FEPA | Concentração de diamante (ct/cm ³) | Concentração de diamante em volume (%) |
|-----------------------------|--|--|
| C25 | 1,1 | 6,00 |
| C50 | 2,2 | 12,50 |
| C75 | 3,3 | 18,75 |
| C100 | 4,4 | 25,00 |
| C125 | 5,5 | 31,25 |
| C150 | 6,6 | 37,50 |
| C175 | 7,7 | 43,75 |
| C200 | 8,8 | 50,00 |

Fonte: Norma FEPA.

A Figura 8.a mostra uma elevada rugosidade nas faces do diamante, ocasionadas por interações físico-químicas, que provavelmente foram originadas pela alta temperatura no tratamento térmico de sinterização e/ou pela severa reação com outros elementos reativos presentes na matriz metálica. Já na Figura 8.b, podem ser observadas faces lisas e arestas retilíneas, mostrando que não ocorreram reações químicas ou grafitização durante a sinterização.

Figura 8. Diamantes utilizados em ferramentas diamantadas: a) Modificação da camada próxima à superfície; b) Ausência de reação físico-química da superfície.

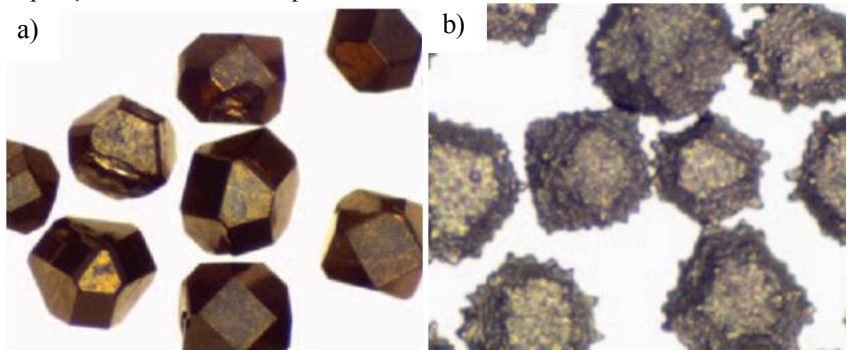


Fonte: (MACHADO, 2009).

Como mencionado anteriormente, a matriz possui a função de fixar os diamantes e pode ser otimizada com adições de elementos formadores de carbetos. Conforme Konstanty (2005), a forma mais eficaz de maximizar o ancoramento dos diamantes na matriz é o recobrimento dos grãos de diamantes com elementos reativos como: titânio, cromo, silício, zircônio, tungstênio, tântalo, molibdênio e nióbio. A técnica mais utilizada para a deposição desses elementos no diamante é a deposição química de vapor (CVD), porém são encontrados outros tipos de deposições como banho de sal e deposição de vapor metálico (*sputtering*) (KONSTANTY, 2005). A camada depositada é relativamente fina, em torno de 0,1 a 10 μm , porém uma segunda camada, quando presente, pode corresponder a 60 % em massa de cada abrasivo (KONSTANTY, 2005).

Pode-se visualizar, respectivamente, nas Figura 9.a e 9.b, uma deposição de titânio por CVD e uma dupla deposição de titânio com níquel. Nesse caso, a dupla deposição com níquel tem a função de proteger a camada de titânio contra a oxidação (KONSTANTY, 2005).

Figura 9. Diamantes com: a) Deposição de titânio por CVD; b) Dupla deposição de titânio com níquel.



Fonte: (KONSTANTY, 2005). Tamanho de partícula estimado de 150 a 500 μm .

Conforme Egan (1990), elementos comumente encontrados nas matrizes dos compósitos diamantados (como ferro, níquel e cobalto) podem catalisar a grafitação do diamante em altas temperaturas. Segundo o autor, o revestimento (Figura 10) atua como uma barreira difusional contra esses elementos, reduzindo e/ou prevenindo a degradação do cristal de diamante durante a rota de processamento.

Figura 10. Barreira difusional através do recobrimento do diamante.

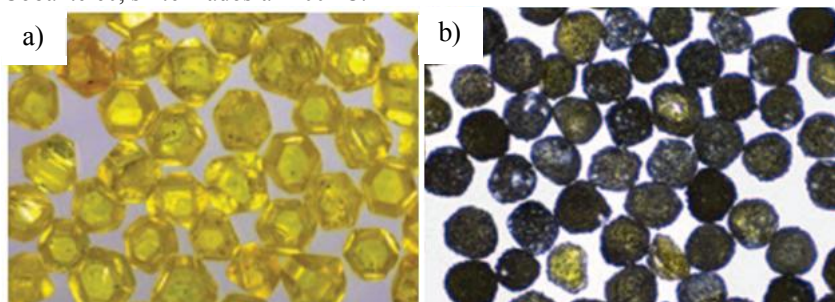


Fonte: (EGAN, 1990).

O ferro, na forma austenítica, tem grande afinidade com o carbono, por isso, apresenta-se como um grande agente de degradação do diamante. Dependendo do teor de ferro e da temperatura de sinterização, deve-se recobrir os diamantes (OLIVEIRA; BOBROVNITCHII; FILGUEIRA, 2007).

Um exemplo de degradação pode ser visualizado na Figura 11, onde diamantes extraídos após a sinterização de compósitos, com teores de ferro similares, apresentam grande diferença quanto a grafitização, devido à temperatura de sinterização. Os diamantes da Figura 11.a, não apresentam alterações na cor e no formato, enquanto os diamantes da Figura 11.b apresentam grande dano devido à grafitização.

Figura 11. Diamantes extraídos de compósitos com ligante contendo aproximadamente 70 %wt de Fe: a) Cobalite CNF, sinterizados a 850 °C; b) Cobalite 60, sinterizados a 1100 °C.



Fonte: (KONSTANTY, 2005). Tamanho de partícula estimado de 150 a 500 μm .

Estudos mostram também que o recobrimento do diamante tem grande influência nas propriedades mecânicas dos compósitos

diamantados (EGAN, 1990; OLIVEIRA; CABRAL; FILGUEIRA, 2012; GREENE *et al.*, 2006).

No Quadro 3, estão dispostos os valores das propriedades mecânicas (para uma matriz de ferro) obtidas variando o revestimento do diamante. Observa-se que o revestimento com carbetos de titânio mostrou uma pequena melhora nas propriedades do compósito (σ_r e σ_y), contudo, a deposição de titânio puro mostrou uma influência muito superior nas propriedades finais do compósito.

Quadro 3. Propriedade mecânica dos compósitos em função do revestimento.

| Amostras | σ_r - Limite de resistência (MPa) | σ_y - Limite de escoamento (MPa) |
|----------------------------|--|---|
| Diamante não revestido | 366,8 \pm 5,1 | 305,3 \pm 6,8 |
| Diamante revestido com TiC | 384,6 \pm 8,3 | 314,6 \pm 6,6 |
| Diamante revestido com Ti | 530,0 \pm 9,4 | 455,4 \pm 7,5 |

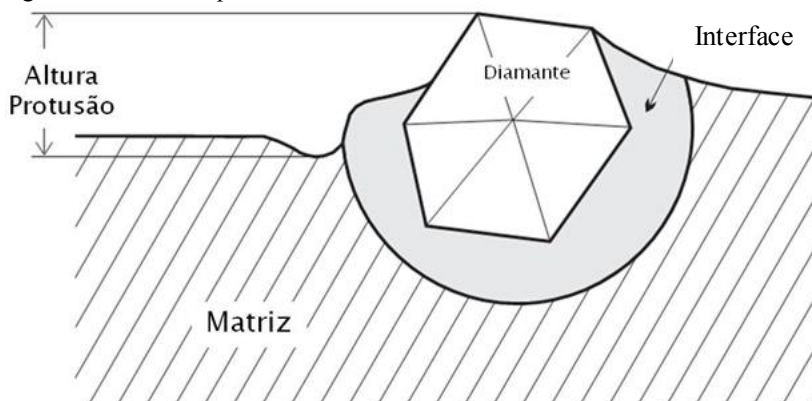
Fonte: (OLIVEIRA; CABRAL; FILGUEIRA, 2012).

2.1.3 Matriz Metálica

A matriz metálica do anel diamantado tem basicamente duas funções, a função de segurar os diamantes e a função de desgastar de forma controlada com o intuito de manter protusos os diamantes para o corte (KONSTANTY, 2005).

A retenção do diamante é realizada através de uma ancoragem mecânica (através do atrito entre a partícula e a matriz), podendo ser auxiliada em alguns casos com uma ancoragem química. Contudo a maioria das matrizes metálicas das ferramentas diamantadas atuais promove somente a ancoragem mecânica do diamante (KONSTANTY, 2005). A ancoragem química pode ser realizada através da utilização de uma liga que possua elementos formadores de carbetos ou do recobrimento de elementos reativos diretamente na superfície do diamante. Esses elementos formam uma interface que seguram firmemente o diamante na matriz metálica (Figura 12).

Figura 12. Altura de protusão e interface da matriz com o diamante.



Fonte: Adaptado de (KONSTANTY, 2005).

A seleção do material da matriz dos anéis diamantados depende da abrasividade e dureza do material a ser cortado. As propriedades da matriz devem ser ajustadas a fim de promover um desgaste controlado da matriz para garantir uma protusão constante dos diamantes (Figura 12). Quando a matriz do anel é mais mole do que o especificado, a altura de protusão dos diamantes aumenta e os diamantes são destacados permanentemente. Em oposição, quando a matriz possui uma altíssima resistência a abrasão, os diamantes não conseguem aflorar na superfície e, consequentemente, a remoção de material é interrompida (KONSTANTY, 2005).

Devido ao tipo de solicitação durante o corte, a resistência à compressão é muito importante para ferramentas diamantadas (OLIVEIRA; CABRAL; FILGUEIRA, 2012). Esta resistência depende da capacidade que a matriz metálica tem de absorver e resistir às cargas aplicadas durante o corte. Especialmente no regime elástico, onde o comprometimento do desempenho da ferramenta pode ser acelerado devido a cargas cíclicas (fadiga) e a formação de espaçamentos entre a partícula e a matriz, que faz com que o grão de diamante sofra um desgaste prematuro através do arrancamento (*pull-out*) do mesmo.

2.1.3.1 Ligantes metálicos para ferramentas diamantadas

Comercialmente, foram encontradas quatro empresas que fornecem os pós metálicos, voltados exclusivamente para a fabricação das ferramentas de corte diamantadas para rochas ornamentais, sendo elas:

Umicore, Eurotungstene, OM Group e Sandvik (KONSTANTY, 2005). Esses fornecedores subdividem suas linhas de produtos em alto teor de cobalto e baixo teor de cobalto. Diante desses fornecedores, dois deles (Eurotungstene e Umicore), utilizam o sistema Fe-Cu-Co como ligas de baixo cobalto, onde é possível observar (Quadro 4) que a composição nominal de cobalto varia entre 10 e 47 % em peso. Em alguns casos, são observados adições de W, Sn, Mo e Y_2O_3 .

Quadro 4. Composição das ligas comerciais de baixo teor de cobalto.

| Designação | Composição química nominal (%wt) | | | |
|-------------------|---|-----------|-----------|---|
| | <i>Fe</i> | <i>Cu</i> | <i>Co</i> | <i>Outros</i> |
| Next 100 | 29 | 46 | 25 | |
| Next 200 | 15 | 60 | 25 | |
| Next 300 | 72 | 3 | 25 | |
| Next 400 | - | 35 | 15 | |
| Next 900 | 80 | 20 | - | |
| Keen 10 | 58 | 17 | 25 | |
| Keen 20 | 43 | 33 | 19 | 5Mo |
| Cobalite 601 | 70 | 20 | 10 | |
| Cobalite HDR | 66 | 7 | 27 | |
| Cobalite CNF | 68,4 | 26 | - | 3Sn;2W ; 0.6Y ₂ O ₃ |
| Cobalite XH | 43 | 10 | 47 | |
| Cobalite OLS | 28 | 47 | 25 | |

Fonte: (ROMANSKI; KONSTANTY, 2013).

O Quadro 5 contempla algumas propriedades que as principais ligas comerciais de cobalto puro normalmente alcançam. As peças são fabricadas por compactação a quente, em temperaturas de sinterização de 750 °C a 900 °C, com densidade relativa de 98 %, tamanho de partícula entre 0,9 μm e 3,5 μm e a dureza destes materiais variando de 104 a 110 HRB.

Quadro 5. Propriedades dos pós de cobalto comerciais.

| <i>Designação</i> | <i>Produtor</i> | <i>Tamanho de partícula FSSS (μm)</i> | <i>Dureza (HRB)</i> | <i>T_s (°C)</i> |
|--------------------|-----------------|---|---------------------|---------------------------|
| Cobalt extra fine | Umicore | 1,45 | 105 | 750 |
| Cobalt sub micron | | 0,9 | 107 | 750 |
| Cobalt half micron | | 0,65 | 110 | 900 |
| Cobalt ultrafine | | 0,9 | 107 | 750 |
| Cobalt COUF | Eurotungstene | 0,9 | 110,2 | 775 |
| Cobalt COF | | 1,25 | 109,8 | 775 |
| Cobalt COC | | 1,6 | 109 | 850 |
| Cobalt COD | | 1,8 | 107 | 850 |
| Cobalt COH | | 3,5 | 104,5 | 900 |

Fonte: (EUROTUNGSTENE, 2012a);(UMICORE, 2013a).

As ligas comerciais de baixo teor de cobalto possuem um número maior de formulações, e consequentemente, uma variação maior de propriedades. No Quadro 6 estão dispostas as principais propriedades que as principais ligas comerciais de baixo teor de cobalto normalmente alcançam. As peças são fabricadas por compactação a quente, com temperaturas de sinterização de 700 °C a 825 °C, tamanho de partícula de 0,2 μm a 15 μm e a dureza destes materiais variando de 93-108 HRB.

Quadro 6. Propriedades das ligas comerciais com baixo teor de cobalto.

| Designação | Tamanho de partícula FSSS (μm) | Dureza (HRB) | T_s (°C) |
|-------------------|---|-------------------------|-------------------------------|
| Next 100 | 0,8-15 | 107 | 750 |
| Next 200 | 0,8-15 | 100 (750 °C) | 750 |
| Next 300 | ~4 | 99 (750 °C) | 750 |
| Next 400 | 2,5 | 93(825 °C) | 825 |
| Next 900 | ~3 | 97 (750 °C) | 750 |
| Keen 10 | 2,5 | 103 | - |
| Keen 20 | 2,5 | 108,4 | - |
| Cobalite 601 | ~5 | 104 | - |
| Cobalite HDR | 6,7 | 108 | - |
| Cobalite CNF | ~2 | 102 | - |

Fonte: (EUROTUNGSTENE, 2012b; UMICORE, 2013b).

Para o polimento de rochas ornamentais, foi constatado que alguns fabricantes usam ligas de bronze, com adições de níquel, na fabricação de *fickerts* (pedras de brunimento) (MACHADO, 2009).

2.1.3.2 Ligas à base de níquel

O elemento níquel puro, devido a sua estrutura CFC, possui grande ductilidade e tenacidade e com uma densidade de aproximadamente 8.9 g/cm^3 , é amplamente utilizado em ligas à base de ferro, como

o aço inox, e em ligas não-ferrosas, como o monel (cobre-níquel) (SMITH, 1993).

A aplicação de níquel puro em situações estruturais é dificultada pela sua grande ductilidade, por isso é necessária a introdução de outros elementos, para que a dureza e limite de escoamento do material sejam aumentados (ASM INTERNATIONAL, 2000). Uma forma de aumentar a dureza e o limite de escoamento do material é a adição de elementos que formam uma solução sólida com o níquel.

Segundo Smith (1993), a fase dúctil de níquel, também chamada de fase gama, pode ser endurecida por solução sólida através da adição de elementos solúveis que causam distorções da rede cristalina. Segundo o autor, os principais elementos adicionados ao níquel, para o endurecimento por solução sólida, são o cromo, tungstênio, molibdênio, ferro, cobalto, titânio e alumínio.

Outra forma de aumentar a resistência mecânica das ligas de níquel é a precipitação de carbeto do tipo MC, $M_{23}C_6$ e M_6C , que também, assim como o endurecimento por solução sólida, dificulta a movimentação das discordâncias e que, por consequência, aumenta a dureza do material (SMITH, 1993). Os principais elementos adicionados ao níquel, para o endurecimento por precipitação de carbeto, são o titânio, nióbio, tântalo e tungstênio (SMITH, 1993).

A ótima solubilidade do ferro com o níquel proporciona uma grande possibilidade de ligas entre estes materiais (ASM INTERNATIONAL, 2000).

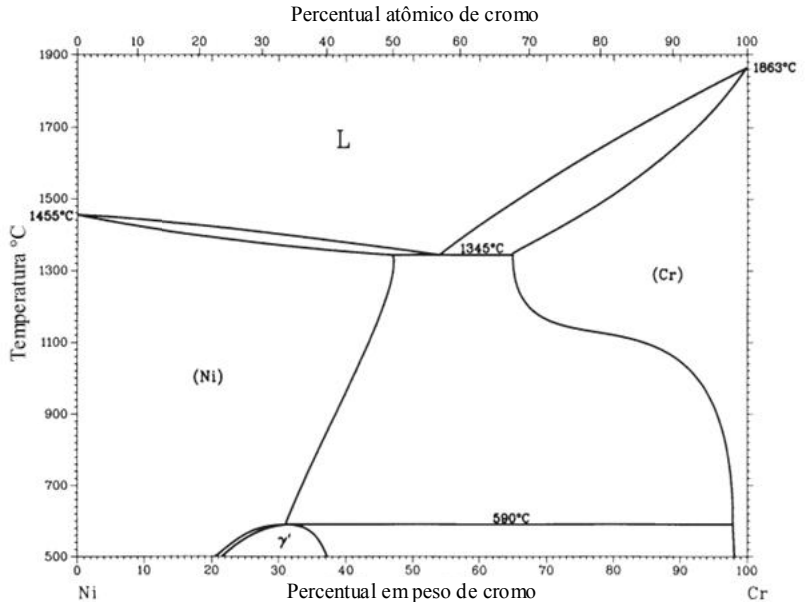
Em ligas à base de cobalto, o ferro é utilizado para estabilizar a fase CFC, com significativo aumento na dureza e limite de escoamento do material (KONSTANTY, 2005). Entretanto, devido à grande solubilidade do carbono no ferro austenítico, o ferro é um grande agente de degradação do diamante (KONSTANTY, 2005).

Ligas à base de cobalto com 10 a 20 % em peso de ferro podem ser encontradas comercialmente nas ligas para ferramentas diamantadas (CABRAL *et al.*, 2008). Como já citado anteriormente, para contornar esse problema, nas ligas com grande concentração de ferro, é necessário o recobrimento do diamante com níquel.

O cromo é um importante elemento de liga, principalmente, para as ligas resistentes à corrosão e para as ligas à base de níquel resistentes a altas temperaturas (SMITH, 1993). Como se pode observar no diagrama de fase binário da Figura 13, o elemento cromo possui uma grande solubilidade com o níquel, apresentando, em temperatura próxima a 1000°C, cerca de 30 % em peso de solubilidade com o níquel.

Segundo Smith (1993), o cromo é um ótimo elemento endurecedor por solução sólida, porém, sua maior função é a de aumentar a resistência à corrosão das ligas à base de níquel.

Figura 13. Diagrama de fase binário entre os elementos níquel e cromo.



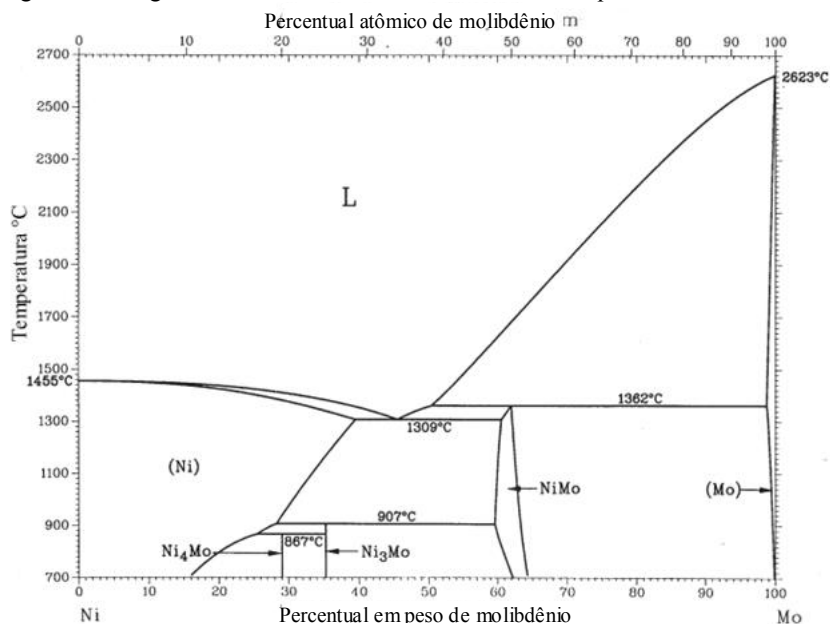
Fonte: (ASM INTERNATIONAL, 2000).

Com os elementos alumínio, nióbio e titânio, apesar de serem elementos de liga para o níquel, deve-se tomar cuidado em certas condições de processamento na metalurgia do pó, devido a sua grande afinidade com o oxigênio, apresentam risco de combustão durante a compactação (KONSTANTY, 2005).

Dentre os materiais normalmente adicionados à liga à base de níquel com a intenção de endurecimento por solução sólida, o molibdênio se destaca, principalmente, por ter a maior diferença de raio atômico com o níquel (cerca de 12% de diferença) provocando maiores distorções na rede cristalina (SMITH, 1993).

Na Figura 14 é possível observar que, apesar de ser um metal refratário, o molibdênio possui uma solubilidade com o níquel, na temperatura de 1000°C, em torno de 30 % em peso (ASM INTERNATIONAL, 2000).

Figura 14. Diagrama de fase binário entre os elementos níquel e molibdênio.



Fonte: (ASM INTERNATIONAL, 2000).

Com a substituição do cobalto pelo níquel em compósitos de carbetos de tungstênio, as maiores diferenças são percebidas no ganho de resistência à oxidação e à corrosão. Ainda segundo o autor, o níquel possui uma molhabilidade menor, causando perda de resistência ao desgaste e resistência mecânica (dureza) (ASM INTERNATIONAL, 2000).

É citado na literatura que o níquel é amplamente utilizado em ferramentas diamantadas, principalmente como revestimento dos diamantes (HUNG; LIN; SHIH, 2008; PUSHPAVANAM; MANIKANDAN; RAMANATHAN, 2007; SHRESTHA; TAKEBE; SAJI, 2006).

Segundo Li *et al.* (2002), dentro da área de revestimento dos diamantes, foram estudadas diversas ligas à base de níquel, tais como Ni-Mn, Ni-Co e Ni-Co-Mn.

Interações químicas entre o diamante e o níquel foram observadas, mostrando que deposições de níquel em um cristal de diamante formam compostos intermetálicos (NiC e Ni₃C) quando submetidos a temperaturas acima de 750 °C (GUAN *et al.*, 1996).

2.2 METALURGIA DO PÓ

Basicamente, a fabricação por metalurgia do pó utiliza-se da união de uma mistura de pós ou grânulos, que são consolidados através de um tratamento térmico de sinterização, onde essa união geralmente é realizada por compactação (com ou sem aquecimento) ou por injeção (UPADHYAYA, 2002).

O processo de metalurgia do pó nos métodos tradicionais pode ser dividido em quatro etapas, que são: obtenção dos pós, mistura de pós e aditivos, moldagem e sinterização (ASM INTERNATIONAL, 1998). A microestrutura e as propriedades mecânicas do material são fortemente influenciadas pelos parâmetros de processamento adotados durante essas etapas.

Ao contrário das outras técnicas de fabricação, os anéis produzidos por metalurgia do pó possuem uma quantidade maior de diamantes, e por isso, sua vida de trabalho é superior à de outras técnicas (DIAMANT BOART, 2013).

O processo de produção por metalurgia do pó representa a maioria dos anéis fabricados para o corte fio de diamantado visando rochas ornamentais (KONSTANTY, 2005). Nessa área existem diversos métodos de fabricação voltados para a fabricação dos anéis diamantados, sendo que as principais técnicas de moldagem de pós são: a compactação uniaxial a frio, a compactação uniaxial a quente e a compactação isostática a quente (KONSTANTY, 2005).

Risso, Vicenzi e Bernieri (2007) descrevem a produção de anéis diamantados produzidos por injeção de pós. Essa técnica é mais cara que as tradicionais, tornando-se viável para a produção de formas mais complexas. O autor, que utiliza essa técnica, procura inovar oferecendo uma melhoria de produtividade da ferramenta.

2.2.1.1 Sintetização por Atrição Mecânica

O processo de sintetização por atrição mecânica, também denominado de *mechanical alloying*, é usualmente empregado na metalurgia do pó para sintetizar novos materiais através da força mecânica, utilizando-se moinhos de alta energia (SURYANARAYANA, 2001).

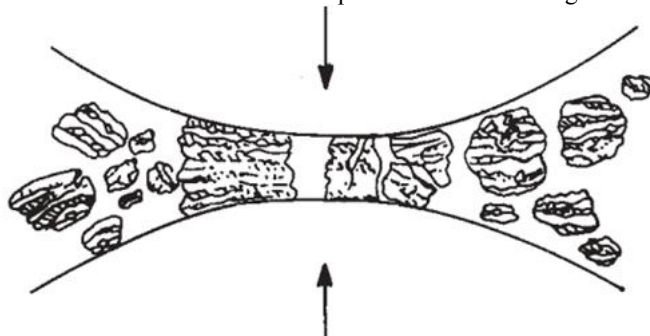
Com esta técnica a mistura dos pós, contendo os elementos primários, passam por colisões cíclicas com a parede do jarro e as esferas de moagem, como pode ser observado na Figura 15 (SURYANARAYANA, 2001). Em matérias dúcteis, essas colisões fazem com que ocorra, de forma cíclica, caldeamento e separação das

partículas. Desta forma, o livre caminho médio entre os elementos são drasticamente reduzidos através da redução do tamanho dos grãos das partículas, chegando, em alguns casos, a escala nanométricas (MOLLADAVOUDI *et al.*, 2012).

De acordo com Suryanarayana (2001), inicialmente a atrição mecânica foi desenvolvida para produzir endurecimento por dispersão de óxidos em superligas (à base de níquel e de ferro) para a indústria aeroespacial, mas, hoje em dia, essa técnica também é empregada para:

- Dispersar finas camadas de segunda fase (usualmente óxidos);
- Estender os limites de solubilidade do material;
- Refinamento de grão;
- Síntese de novas estruturas cristalinas;
- Desenvolvimento de fase amorfa (vidros);
- Indução de reações químicas a baixas temperaturas.

Figura 15. Efeito de uma colisão entre o pó e as esferas de moagem.



Fonte: (SURYANARAYANA, 2001).

2.2.2 Moldagem de pós por compactação uniaxial a frio

O processo de moldagem de pós por compactação a frio é o mais comum entre as técnicas de metalurgia do pó. Esse método consiste em aplicar uma força uniaxial com auxílio de um punção sobre uma massa de pó confinado em uma matriz que dá forma ao material. Variando a geometria do punção e da matriz é possível fabricar uma grande variedade de perfis (ASM INTERNATIONAL, 1998).

Segundo Upadhyaya (2002), este método proporciona densidades próximas a 90 % da densidade teórica, já conforme ASM International (1998), com esse processo de moldagem de pós pode-se alcançar densidades acima de 92 %. Na literatura, no campo de fabricação de ferramentas diamantadas, são utilizados pós com tamanhos médios próximos a 1 μm que produzem compactados sinterizados com densidades próximas a 95 % da densidade teórica (Figura 19) (KONSTANTY, 2005).

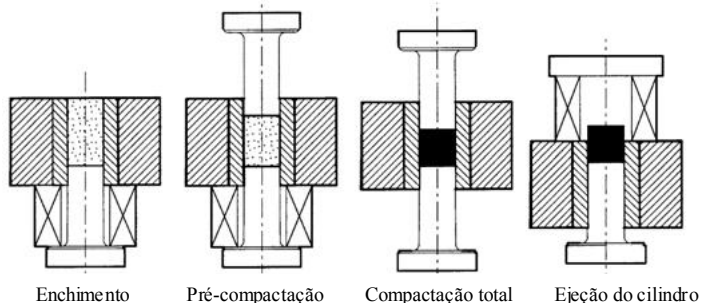
Al-Qureshi et al (2008) correlaciona os parâmetros da compactação a frio dos pós com a densidade do material através de modelamento matemático. O qual consegue prever a densidade a verde e a porosidade final do compactado para qualquer geometria e material (na forma de pó).

Para evitar defeitos nos componentes durante o processo de compactação em uma produção em série, necessita-se controlar as propriedades do pó, tais como o tamanho de partícula, o formato dos grãos, a densidade aparente, a distribuição do tamanho das partículas e a escoabilidade. O controle da escoabilidade da massa é de grande importância para sistemas automatizados de compactação, sendo necessário medi-la para cada lote de material.

A compactação pode ser de efeito simples ou de efeito duplo. A compactação uniaxial de dupla ação é a técnica mais utilizada, já que esse tipo de mecanismo produz compactados com menores gradientes de tensões e, conseqüentemente, de melhor qualidade (ASM INTERNATIONAL, 1998). A Figura 16 mostra esquematicamente uma matriz de compactação uniaxial. Na compactação uniaxial de duplo efeito, o punção inferior permanece livre enquanto o punção superior imprime uma força axial no sentido da compactação da massa, estando a matriz flutuante.

Durante a compactação, parte da força imposta pelo punção é transferida radialmente, causando deformação elástica do conjunto amostra/matriz. Durante a extração do compactado, ocorre a relaxação elástica desses elementos que gera um aumento do diâmetro do compactado relativo ao diâmetro da matriz. Essa variação é denominada relaxação elástica do compactado no momento da extração da matriz, sendo diferente para cada material da matriz e do compactado. Esse fenômeno é inerente ao processo, podendo causar o rompimento prematuro do compactado e por isso, é necessário que a matriz de compactação possua um ângulo de saída que amenize os efeitos causados por esse fenômeno na extração do compactado (KLEIN, 2009).

Figura 16. Sequência de operações manuais na produção das amostras a verde, matriz flutuante de compactação uniaxial a frio com duplo efeito.

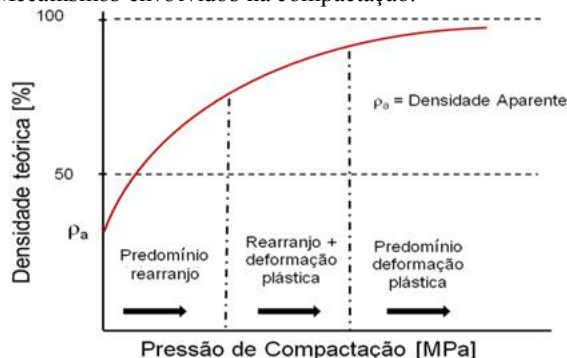


Fonte: Norma ASTM B 925-08.

Na compactação de pós é necessária a adição de um lubrificante sólido, normalmente na proporção de 0,5 a 1,5 % em peso, para reduzir o atrito entre as partículas. Já para materiais duros é necessária a adição de ligantes orgânicos que tem a função, ainda, de manter a forma do compactado verde até o processo de pré-sinterização (ASM INTERNATIONAL, 1998).

Os mecanismos de densificação envolvidos na compactação de materiais com plasticidade são divididos em três fases; a primeira predominantemente de rearranjos, a segunda de rearranjos com deformações plásticas e a terceira com predominância de deformação plástica (KLEIN, 2009). A Figura 17 ilustra graficamente o comportamento da densidade em função da pressão de compactação, mostrando as regiões onde predominam os mecanismos de densificação típicos na compactação de metais.

Figura 17. Mecanismos envolvidos na compactação.



Fonte: (KLEIN, 2009).

Na compactação uniaxial a frio de pós, a pressão de compactação ideal difere de material para material, sendo necessário que se determine a mesma para cada liga desenvolvida. Para a determinação da pressão de compactação ideal é necessário conhecer as características de compressibilidade do material, obtido experimentalmente através do ensaio de compressibilidade (ASTM, 1998).

2.2.3 Tratamento térmico de sinterização

O processo de tratamento térmico de sinterização visa unir as partículas do compactado a verde, difundir os elementos químicos e criar uma matriz contínua.

Antes, ou durante, da etapa de sinterização é necessário realizar a remoção dos produtos adicionados à mistura, tais como: lubrificantes, ligantes orgânicos e/ou plastificantes (ASM INTERNATIONAL, 1998).

Segundo Upadhyaya (2002), os principais parâmetros de processo que necessitam ser controlados durante a sinterização são: a temperatura, o tempo e a atmosfera de sinterização. Segundo o autor, as principais variáveis do material que devem ser consideradas na sinterização são: o formato da partícula, a estrutura da partícula, a composição química da partícula e a densidade a verde do material.

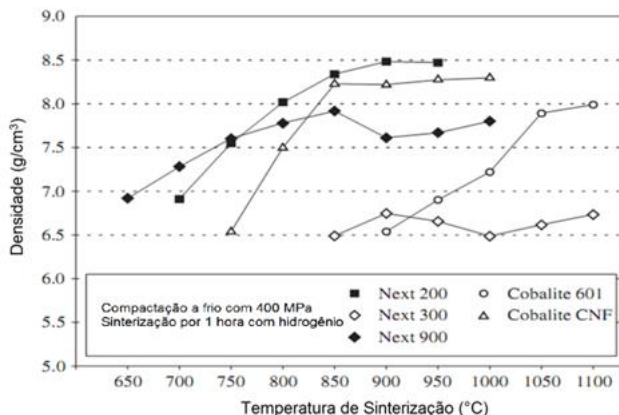
As peças a verde sofrem uma variação de volume durante a sinterização, sendo necessário compensar essa variação no molde de compactação. Geralmente, a peça sofre uma diminuição do volume (retração), como é o caso do níquel; contudo, algumas ligas de cobre podem sofrer um aumento nas dimensões da peça (BARBOSA. *et al.*, 2008).

O controle da atmosfera de sinterização tem grande importância na proteção contra a oxidação dos elementos metálicos na matriz e na proteção do diamante contra a grafitização. A literatura menciona várias composições para atmosferas utilizadas na sinterização de ferramentas diamantadas. Alguns autores utilizam a sinterização a vácuo, outros utilizam misturas de gases à base de nitrogênio ou argônio, misturados com hidrogênio, chegando em alguns casos a 95 % de hidrogênio (OLIVEIRA; FILGUEIRA, 2007; TORRES; OJEDA, 2004). O hidrogênio tem grande afinidade com o oxigênio; ele reduz o oxigênio livre da atmosfera e os óxidos presentes nos pós metálicos. Os óxidos funcionam como barreiras que dificultam a densificação das partículas, impedindo a difusão entre elas.

Na Figura 18, é possível observar diversas curvas de sinterabilidade, para diferentes ligas comerciais dirigidas a compósitos

diamantados. As amostras foram compactadas com 400 MPa de pressão de compactação e sinterizadas em atmosfera de hidrogênio.

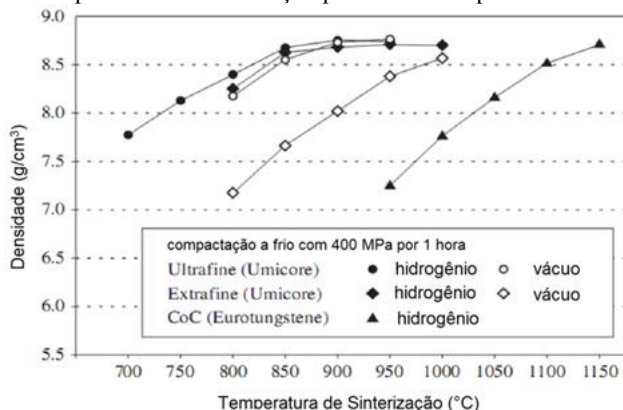
Figura 18. Temperatura de sinterização para diferentes ligas com baixo teor de cobalto.



Fonte: (KONSTANTY, 2005).

A temperatura de sinterização não depende somente da liga utilizada, ela varia de acordo com o processamento, tamanho de partícula e atmosfera utilizada. Como se pode observar na Figura 19, estudos mostram que a sinterização em atmosfera contendo hidrogênio, em compósitos diamantados, aumenta a sinterabilidade do material, assim como a redução do tamanho de partícula.

Figura 19. Temperatura de sinterização para diversos tipos de cobalto.



Fonte: (KONSTANTY, 2005).

Apesar do hidrogênio ser adequado na sinterização, deve-se ter muito cuidado, pois em certas concentrações estequiométricas e condições de pressão-temperatura ele se torna espontaneamente explosivo quando em contato com o oxigênio do ar. Outras características perigosas deste gás são a alta velocidade de chama e ausência de cor durante a combustão (GUMMER; HAWKSWORTH, 2008).

Como se observa nas Figuras 18 e 19, a temperatura de sinterização tem grande influência na sinterabilidade do material, no entanto, na sinterização envolvendo ferramentas diamantadas, deve-se tomar cuidado, pois a reação de transformação físico-química do diamante em grafite também é facilitada pelo aumento da temperatura.

2.3 PROCESSO DE DESGASTE NOS ANÉIS DIAMANTADOS

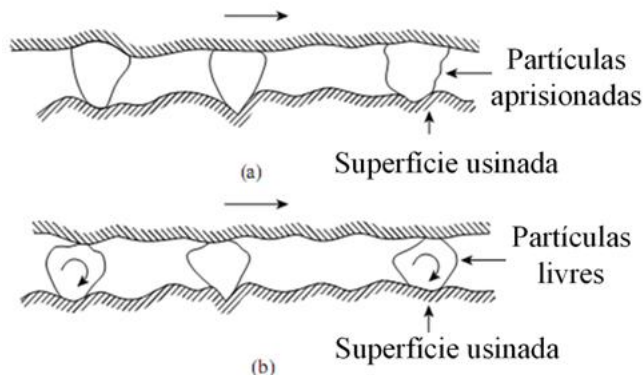
Hutchings (1992) define a tribologia como sendo a ciência e tecnologia da interação do movimento relativo entre superfícies, englobando o estudo da fricção, desgaste e lubrificação.

O desgaste pode ser descrito como a perda progressiva de material de um corpo através de complexas interações (físico-químicas). Segundo Hutchings (1992), o desgaste por partículas abrasivas é classificado como: abrasão por dois corpos, abrasão por três corpos e erosão.

O corte por fio diamantado é uma técnica de usinagem com ferramenta de geometria não-definida (ZEPPENFELD; KLOCKE; GRÖNING, 2004). A ferramenta de corte propriamente dita é o anel diamantado, formado por partículas abrasivas imobilizadas por uma matriz metálica. Por esse motivo, pode ser enquadrado na tribologia como sendo um desgaste do tipo abrasivo a dois corpos, como pode ser observado no esquema da Figura 20 (KONSTANTY, 2005).

Entretanto, dependendo do material a ser cortado e dos parâmetros do processo, partículas abrasivas (principalmente quartzo) acabam adicionadas ao processo (KONSTANTY, 2005). Sendo assim, o processo de remoção de material também pode ser considerado a três corpos, como mostrado na Figura 20.b. Em comparação aos mecanismos a dois corpos, esse mecanismo geralmente apresenta uma menor taxa de remoção de material (HUTCHINGS, 1992).

Figura 20. Mecanismos de remoção de material com partículas abrasivas: a) a dois-corpos; b) a três corpos.

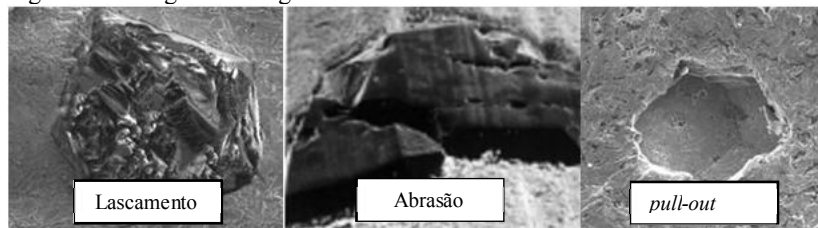


Fonte: (BASU; KALIN, 2011).

No corte com abrasivos, as partículas duras são as principais responsáveis pela remoção de material. Segundo Hutchings (1992), a relação de dureza entre a partícula e o material a ser cortado é a principal característica observada, mas não é a única. O corte também é influenciado pelo tamanho e forma da partícula.

Ao longo do uso da ferramenta diamantada, o diamante sofre desgaste por diversos mecanismos. Os estágios de desgaste do diamante podem ser divididos em três tipos básicos, o desgaste por lascamento, por abrasão e por *pull-out* (TÖNSHOFF; FRIEMUTH; HILLMANN-APMANN, 2001). Os aspectos oriundos desses mecanismos podem ser observados na Figura 21.

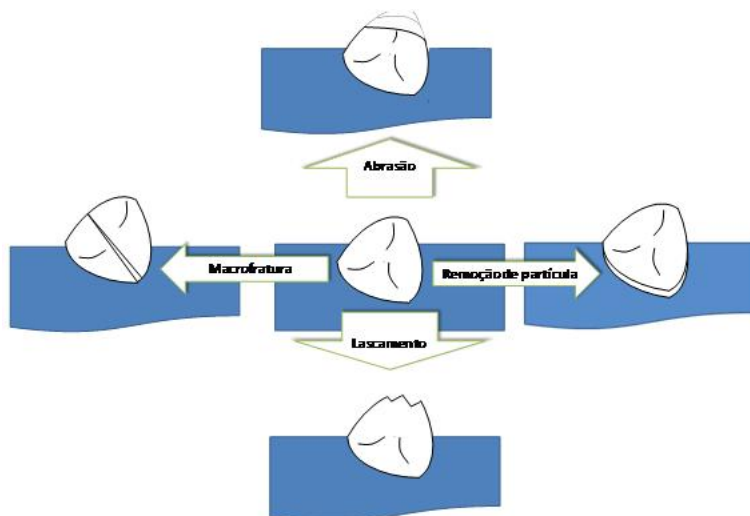
Figura 21. Estágios de desgaste do diamante.



Fonte: (TONSHOFF; FRIEMUTH; HILLMANN-APMANN, 2001).

Uma ilustração dos mecanismos de desgaste da partícula abrasiva está apresentada na Figura 22.

Figura 22. Mecanismos de desgastes da partícula abrasiva.



Fonte: Elaborado pelo autor.

O desgaste por lascamento ocorre quando o diamante sofre trincas que destacam porções do abrasivo (TÖNSHOFF; FRIEMUTH; HILLMANN-APMANN, 2001). Essas trincas podem ser superficiais (favorecendo a remoção do material pela formação de novas arestas), ou profundas (causando o colapso da partícula através do arrancamento do diamante da matriz metálica).

O desgaste por abrasão gera o arredondamento das quinas e o aplainamento das superfícies, devido à fricção entre o grão e o material de trabalho (TÖNSHOFF; FRIEMUTH; HILLMANN-APMANN, 2001). Em comparação ao desgaste por lascamento, essa modalidade de desgaste ocorre com baixas tensões aplicadas ao grão de diamante.

O processo de desgaste por remoção da partícula, também denominado de *pull-out*, ocorre quando grãos inteiros de diamantes são arrancados da matriz (TÖNSHOFF; FRIEMUTH; HILLMANN-APMANN, 2001). Geralmente esse processo de desgaste advém de excessivo carregamento mecânico, elevadas temperaturas e do fraco ancoramento provido pela matriz. Segundo Konstanty (2005), o desgaste por *pull-out* é proporcional à concentração de diamantes e inversamente proporcional ao tamanho das partículas do diamante.

O desgaste prematuro da matriz metálica também é um mecanismo de desgaste importante nas ferramentas diamantadas. Para controlar

esse mecanismo, a matriz metálica precisa proporcionar um bom ancoramento dos diamantes e ter uma resistência ao desgaste suficientemente baixa para promover a protrusão (KONSTANTY, 2005).

2.4 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

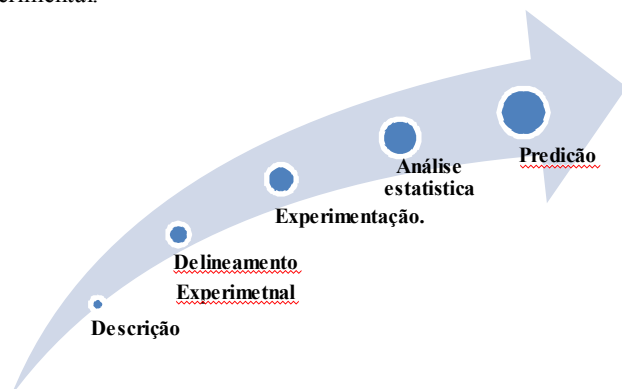
O delineamento estatístico, também chamado de *Design of experiment*, é uma importante ferramenta para engenheiros e cientistas que buscam aperfeiçoar o processo de manufatura e elucidar os fenômenos presentes nos ensaios (MONTGOMERY; RUNGER, 2011).

O objetivo do delineamento experimental é a caracterização, predição e melhoria do comportamento de processos ou sistemas (SAS INSITUTE INC., 2012).

Existem algumas variações no delineamento experimental, onde etapas mudam conforme o objetivo pretendido com essa análise. Segundo Allen (2006), um tipo de delineamento experimental é o *Screening Design*, no qual necessita-se elucidar o processo como um todo, onde, após o delineamento e análise experimental, é possível saber quais são as variáveis que mais afetam o processo. Ou seja, esse método prioriza a investigação dos fatores que têm maior efeito no resultado do processo.

As principais etapas para a realização do delineamento experimental podem ser observadas na Figura 23 (SAS INSITUTE INC., 2012).

Figura 23. Principais etapas para a realização do delineamento experimental.



Fonte: adaptado de (ALLEN, 2006).

Na etapa de descrição é necessário identificar, classificar e limitar os fatores que influenciam no processo. Basicamente, os fatores são classificados em: fatores categóricos, contínuos e de mistura (ALLEN, 2006).

- Os fatores categóricos são entradas em que não é possível quantificar e ou ordenar de forma direta. Ex: marca, fornecedor, cor etc.
- Os fatores contínuos são entradas em que é possível quantificar e ordenar de forma natural. Ex: temperatura, tempo, pressão etc.
- Os fatores de mistura representam uma parte proporcional de um número finito, ou seja, quando somadas devem necessariamente resultar em cem por cento do total desse número. Ex: formulações, receitas etc.

Normalmente as variáveis categóricas devem ser evitadas, pois sua inclusão aumenta muito o número de termos no modelo (ALLEN, 2006).

As propriedades medidas nos ensaios físicos, também denominadas de respostas, são dependentes das variáveis de processamento. Ainda na etapa de descrição, devem-se definir as respostas, o qual permita a construção do modelo estatístico (ALLEN, 2006).

Na fase de delineamento, a partir da identificação dos fatores e da definição das respostas, são definidos as interações dos termos, a quantidade de experimentos e os parâmetros de processamento (SAS INSTITUTE INC., 2012).

Na fase de análise estatística, é realizada a modelagem a partir dos dados experimentais medidos (ALLEN, 2006). Durante essa etapa, ao se estabelecer um modelo para a resposta, não se sabe quais os termos que devem fazer parte do modelo (MONTGOMERY; RUNGER, 2011). Por isto, é necessário realizar testes estatísticos (testes F e T) para identificar a significância dos termos.

Geralmente, pressupõe-se que os termos de erro seguem uma distribuição normal de probabilidade (MONTGOMERY; RUNGER, 2011). Contudo, isso deve ser conferido pela análise dos resíduos. Os resíduos são as diferenças entre o valor medido e o valor previsto do modelo. Em um modelo ideal o resíduo tenderia a zero, isto é, todas as suas previsões coincidiriam com dados experimentais. Para verificar a qualidade do ajuste do modelo gerado, após realizar a regressão linear do gráfico dos resíduos, deve-se analisar o coeficiente de determinação da curva (R^2) (MONTGOMERY; RUNGER, 2011). A dispersão desses

resíduos, com relação à curva gerada, deve apresentar um comportamento normal e não podem apresentar um padrão de correlação entre as respostas medidas (ALLEN, 2006).

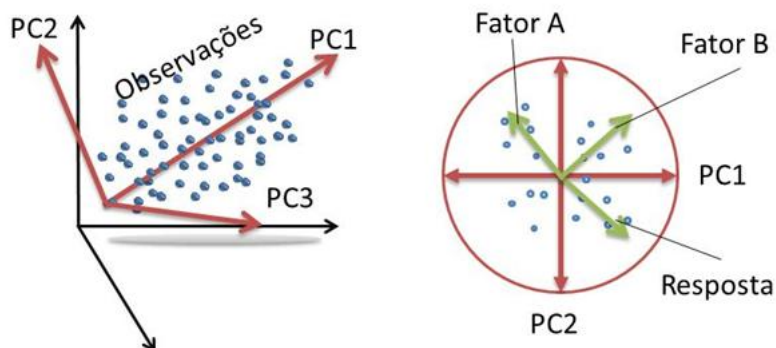
2.5 ANÁLISE DE COMPONENTES PRINCIPAIS

A análise de componentes principais (PCA) é um tradicional método de análise multivariada, desenvolvida por Karl Pearson em 1901 e aprimorada por Harold Hotelling, em 1933 (JOLLIFFE, 2002).

Esta técnica consiste na conversão, através de procedimentos matemáticos, de um conjunto de observações de variáveis possivelmente correlacionadas a um conjunto de variáveis linearmente (vetores) descorrelacionadas, chamadas de componentes principais (JOLLIFFE, 2002).

Este procedimento está ilustrado no exemplo da Figura 24, onde é possível observar esquematicamente a conversão de um conjunto de observações em dois componentes principais (PC1 e PC2). Cada componente principal é uma combinação linear das variáveis originais, onde a componente PC1 é a direção com a maior variância dos dados, seguido da segunda maior PC2. Nota-se que, neste caso, o Fator A tem influência diretamente negativa em função do Fator A, assim como o Fator B não está diretamente correlacionado com a resposta.

Figura 24. Análise de componentes principais.



Fonte: elaborado pelo autor.

Segundo Jolliffe (2002), a análise de componentes principais é uma técnica estatística de análise multivariada por autovetores, geralmente empregada na busca por padrões em uma população com

elevado número de dados. Essa técnica pode ser utilizada para inúmeros vetores, sendo possível sua conversão para quantos componentes principais forem necessários para ilustrar o comportamento real da população.

3 METODOLOGIA E APARATO EXPERIMENTAL

Neste capítulo, é apresentada a metodologia experimental empregada no desenvolvimento do trabalho, como foram realizados os experimentos e quais foram os equipamentos utilizados.

Em um primeiro momento, são descritas as matérias-primas utilizadas (composições e características). Em seguida, são exibidos os meios de caracterização e experimentação utilizados neste trabalho, com suas características principais e onde foram aplicados. Por fim, é descrito o desenvolvimento da matriz metálica à base níquel e o estudo do comportamento tribológico causado pela adição de cromo nos compósitos com a matriz de níquel desenvolvidos neste trabalho.

3.1 MATÉRIAS-PRIMAS

A seleção das matérias-primas é uma etapa muito importante, pois os parâmetros do processamento submetidos ao material são diretamente influenciados pelas características das matérias-primas utilizadas.

Nesta seção, serão apresentados os materiais utilizados durante o trabalho, essencialmente, são descritos o diamante e os pós metálicos, para a produção dos compósitos, e o contra-corpo de prova de porcelanato, para o ensaio de desgaste.

3.1.1 Diamante

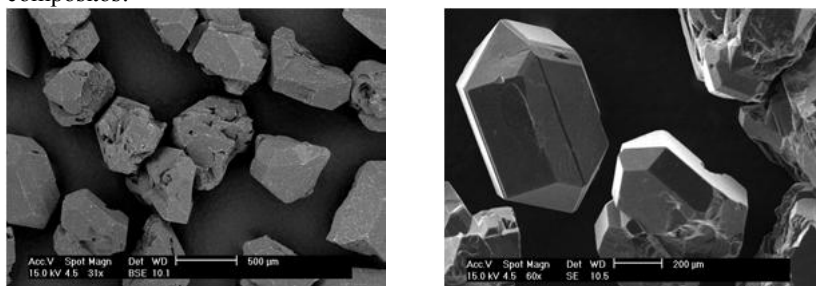
O diamante utilizado neste trabalho é do tipo monocristalino fraturado, fabricado pela empresa EXIN DIAMOND MATERIAL Co Ltd. com origem na China. Os grãos de diamante, utilizados neste trabalho, possuem uma coloração uniforme amarela, como se observa na Figura 25, e possuem um tamanho médio entre 500 e 590 μm .

Figura 25. Diamante utilizado na fabricação dos compósitos, evidenciando a coloração dos grãos.



Na Figura 26, é possível observar a morfologia e condições do diamante. Observa-se que os mesmos apresentam um formato irregular que aumenta seu ancoramento na matriz, mas prejudica sua resistência mecânica.

Figura 26. Morfologia dos grãos de diamantes utilizados na fabricação dos compósitos.



Os diamantes com revestimento de cromo foram obtidos através da deposição de cromo via PVD.

3.1.2 Pós metálicos

Os pós metálicos utilizados para produzir as matrizes dos compósitos diamantados no decorrer do trabalho foram basicamente compostos de pó de cobalto, de níquel, de cromo-ferro e de molibdênio. As principais informações desses materiais estão dispostas no Quadro 7, onde é possível observar o tamanho de partícula e a procedência de cada pó utilizado.

Quadro 7. Características dos pós utilizados na moldagem a frio.

| Material | Tamanho de partícula (μm) | Fornecedor |
|--|---|-----------------------|
| Ni | < 37 | JB Química |
| Co | 2,8 | JB Química |
| 75Cr-25Fe | < 63 | F.W. Winter Inc & Co. |
| 75Cr ₃ C ₂ -20Ni-5Cr | 15 - 45 | Praxair-TAFA |
| Mo | < 63 | JB Química |

As composições químicas nominais dos pós contendo cromo, fornecidas pelo fabricante, estão dispostas no Quadro 8. É possível observar que a liga de cromo-ferro apresenta uma pequena quantidade de silício.

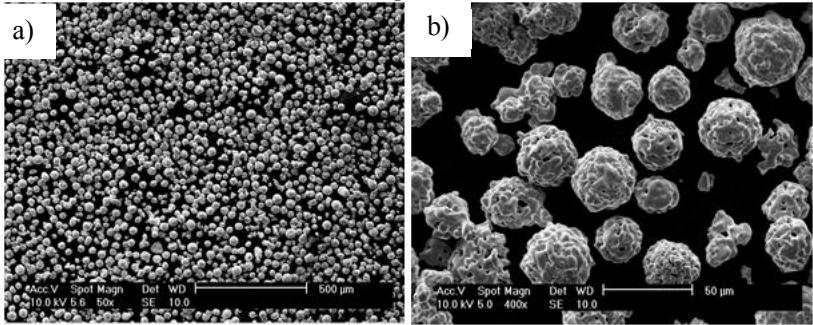
Para facilitar a identificação dos materiais ao longo deste trabalho, o pó correspondente à liga de cromo-ferro será denominado de CrFe e o pó contendo carbeto de cromo será referenciado simplesmente como Cr₃C₂.

Quadro 8. Composição química dos pós contendo cromo.

| Material | Composição (%wt) | | | | | |
|--------------------------------|------------------|------|--------------------------------|-------|-------|---------|
| | Ni | Cr | Cr ₃ C ₂ | Fe | C | Outros |
| CrFe | | 75,5 | | 24,02 | 0,015 | 0,45 Si |
| Cr ₃ C ₂ | 20 | 5 | 65 | - | 10 | 2 W |

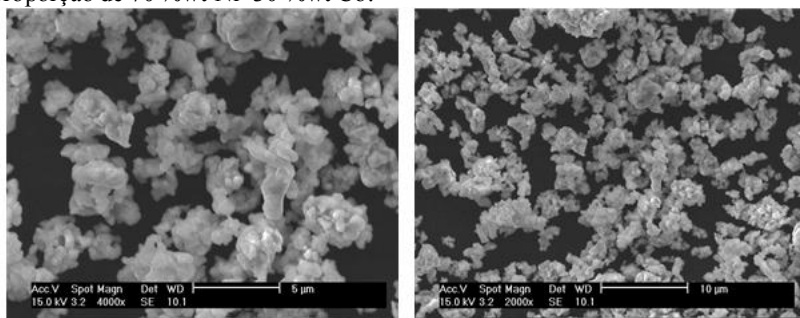
Nota-se que o carbeto de cromo contém cerca de 20 % em peso de níquel, o que facilita muito sua adesão à matriz de níquel. Observa-se também que esse pó contém pequenas adições de cromo metálico e de tungstênio, que irão ajudar, respectivamente, no aumento da disponibilidade de cromo e aumento da resistência ao desgaste do material. A distribuição e a morfologia do carbeto de cromo podem ser observadas na Figura 27.

Figura 27. Micrografia do pó contendo carbeto de cromo, mostrando: a) distribuição; b) formato e tamanho das partículas.



A Figura 28 mostra a mistura dos pós de cobalto e níquel, mostrando que as partículas do pó de níquel possuem um tamanho muito menor do que o tamanho informado pelo fornecedor. Percebe-se que o tamanho de partícula desses pós é menor do que 5 μm .

Figura 28. Micrografias da mistura do pó de níquel com de cobalto na proporção de 70 %wt Ni- 30 %wt Co.



3.1.3 Contra-corpos de prova de porcelanato

Foram confeccionados contra-corpos de prova para o ensaio de desgaste, a partir de placas polidas de porcelanato fornecidas pela empresa Portinari.

Os contra-corpos de prova confeccionados são placas quadradas de porcelanato com 8 mm de espessura e aproximadamente 145 mm de lado.

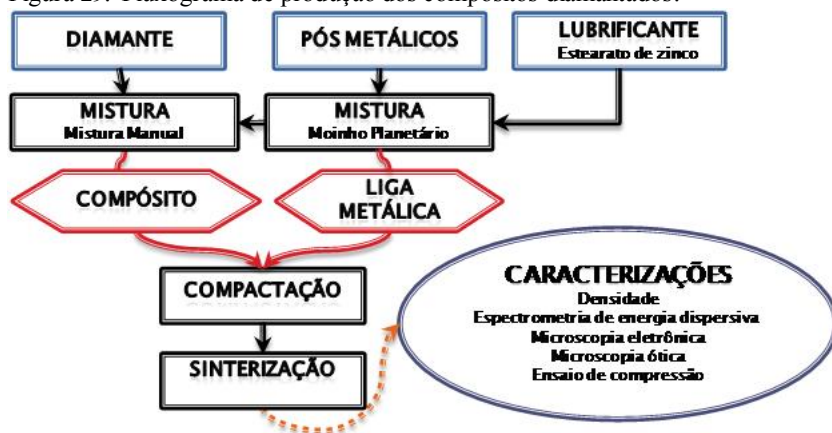
O porcelanato é uma cerâmica de revestimento com excelentes características técnicas, destacando-se sua elevada resistência mecânica, ao risco e ao ataque químico. O porcelanato caracteriza-se por apresentar grande quantidade de fundentes em sua composição (normalmente de 30 a 50% em peso de feldspatos). Durante o tratamento térmico de sinterização, o transporte de massa é acelerado, pela quantidade de fase líquida presente no material, produzindo um material com baixa porosidade (normalmente abaixo de 0,1 % de absorção de água, segundo norma ABNT NBR 13818:1997).

O porcelanato geralmente possui propriedades mecânicas superiores ao granito. Nesse caso, o porcelanato utilizado, denominado ônix, possui uma densidade de 2,41 g/cm^3 e dureza Mohs entre 6 e 7.

3.2 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

No decorrer desta seção serão descritos os procedimentos experimentais e equipamentos para a produção dos compósitos diamantados. O caminho adotado, para a realização dos procedimentos, está ilustrado no fluxograma de produção da Figura 29.

Figura 29. Fluxograma de produção dos compósitos diamantados.



3.2.1 Mistura dos pós

As misturas do pós metálicos foram realizadas no moinho planetário Retsch, no laboratório CERMAT, com rotação de 450 rpm, durante 60 minutos, com uma relação em peso de bolas/material de 1:1 e com reversão do sentido de rotação a cada 30 minutos. O vaso de moagem foi projetado com o programa computacional SolidWorks e confeccionado no laboratório USICON em aço inoxidável AISI 316.

Com a finalidade de diminuir o atrito entre as partículas de pó, durante a mistura e compactação, foi adicionado estearato de zinco à mistura.

Na produção do compósito diamantado, a mistura dos grãos de diamante com a liga metálica pré-misturada, foi realizada de forma manual, para cada amostra. Esse procedimento foi adotado para não danificar os diamantes, assim como para preservar o vaso de moagem e reduzir contaminações.

3.2.2 Moldagem por compactação uniaxial

A moldagem dos pós das amostras foi realizada em matriz uniaxial de duplo efeito utilizando-se uma prensa manual com capacidade máxima de 15 t., com manômetro acoplado e porta matriz.

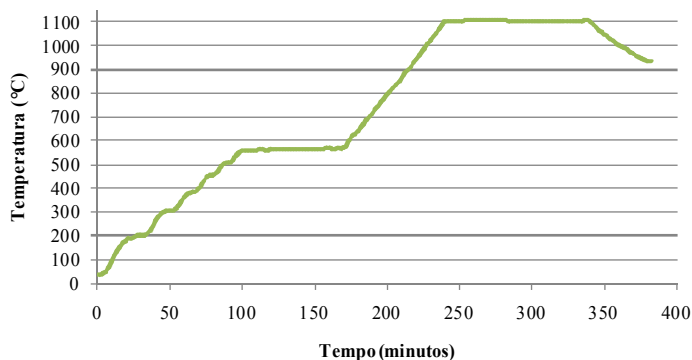
Para a moldagem dos pós, a matriz de compactação foi projetada com o auxílio do programa computacional SolidWorks e confeccionado no laboratório USICON. A matriz de compactação é constituída de aço ferramenta AISI M4, com cavidade cilíndrica de 10 mm de diâmetro e altura máxima útil de 30 mm. Para evitar efeitos advindos da relaxação elástica do compactado no momento da extração da matriz, foi adicionado na extremidade da cavidade da matriz um ângulo de saída de 1°.

3.2.3 Tratamento térmico de sinterização

A sinterização das amostras compactadas foi realizada em forno tubular sob atmosfera controlada. A programação do forno é realizada por um controlador digital com resolução de 0,1 K, onde a taxa de aquecimento empregada nos experimentos foi de 5 K/min, até a extração do lubrificante e de 10 K/min, até o patamar de sinterização.

O ciclo do tratamento é controlado pelo termopar e pelo controlador digital do forno, contudo a temperatura de sinterização foi regulada através de um termopar a 5 centímetros das amostras. Para uma melhor visualização do comportamento do forno nos tratamentos térmicos utilizados neste trabalho, foi construído um gráfico real de temperatura em função do tempo, observado na Figura 30.

Figura 30. Tratamento térmico de sinterização das amostras.



A remoção do lubrificante foi realizada, durante o processo de sinterização, aquecendo o material e mantendo-o a uma temperatura de 550 °C por 60 minutos.

O oxigênio, na atmosfera do forno, é prejudicial para o processo de sinterização. Por isto, o tubo foi evacuado com uma pressão negativa de 750 mm de Hg. Em seguida foi injetado um gás padrão de argônio com 5 % de hidrogênio. Para garantir a eliminação do oxigênio no interior do tubo esta operação foi repetida três vezes. Durante a sinterização, foi mantido um fluxo contínuo de gás padrão para manter a pressão do forno positiva e impedir que o ar atmosférico contamine a atmosfera do forno.

3.3 MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO

Os equipamentos e os procedimentos para as caracterizações das amostras ao longo deste trabalho serão descritos nesta seção. Primeiramente são apresentados os métodos de medição da densidade e de massa. Posteriormente, serão descritas as caracterizações quanto aos seus aspectos microestruturais, tribológicos (resistência ao desgaste) e mecânicos (limite de escoamento e dureza).

3.3.1 Densidade

Na metalurgia do pó, a densidade serve para avaliar o nível de sinterização do material. Entretanto, a densidade de um material metálico depende fundamentalmente do peso atômico e da estrutura cristalina do material. Por isso, quando se faz comparações de densidade entre ligas com diferentes proporções de materiais é necessário converter esta densidade (densidade relativa) para uma grandeza que permita esta comparação. Neste trabalho, para a conversão da densidade medida em densidade relativa, considera-se a densidade teórica para tal conversão. Ou seja, a densidade relativa ($\rho_r, \text{g/cm}^3 / \text{g/cm}^3$) é obtida através da divisão da densidade medida ($\rho_m, \text{g/cm}^3$) pela densidade teórica ($\rho_t, \text{g/cm}^3$).

A densidade medida ($\rho_m, \text{g/cm}^3$) foi mensurada através do método geométrico, seguindo a norma ASTM B 610-08 e com o método de imersão, de acordo com a norma ASTM B 311-08.

A densidade aparente, determinada pelo método geométrico, foi obtida através da razão entre a medida da massa e o volume dos cilindros. Para cada medida, das dimensões da amostra, foi feita uma

média simples de três medidas. Para isso, foi utilizado um micrômetro da marca Mitutoyo, com resolução de 0,01 mm e uma balança (localizada no CERMAT) modelo Gehaka AG 200, com resolução de 0,0001 g.

A determinação da densidade pelo método de imersão, conhecido também como método de Arquimedes, foi obtida através de uma balança analítica da marca Hitachi de modelo AX200, com resolução de 0,0001 g, localizada no Laboratório de Materiais Vitrocerâmicos (VITROCER-UFSC). Para tal, foi utilizado um acessório da balança especificamente para medição de densidade por Arquimedes e o líquido utilizado foi água destilada. Tanto a calibração da balança como as medidas realizadas foram feitas a uma temperatura de 25 °C.

3.3.2 Ensaio de microdureza

Para os ensaios de microdureza, escolheu-se a seção longitudinal dos cilindros para as medidas, as amostras foram embutidas, lixadas e polidas. Os ensaios foram realizados baseados na norma ASTM B 933-09. As medidas foram obtidas através do microdurômetro tipo Vickers de modelo Shimadzu HMV 2000, localizado no laboratório de propriedades mecânicas (LPM-UFSC). As medidas foram tomadas com uma carga de 100 g, sendo o valor da dureza de cada material obtido através da média de 10 indentações.

3.3.3 Microscopia eletrônica

Os equipamentos utilizados para verificar as fases presentes na matriz metálica, analisar as interfaces dos diamantes com a matriz e verificar a integridade dos diamantes são:

- Microscópio eletrônico de Varredura convencional com filamento de tungstênio, modelo JEOL JSM-6390LV, com aumento de até 300.000x, voltagem de aceleração: 0,5 a 30 kV e resolução de 3 nm (30 kV). Esse equipamento encontra-se no Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME) da Universidade Federal de Santa Catarina.
- Microscópio eletrônico de varredura de bancada, modelo Hitachi TM-1000, com aumento de 20.000x e com resolução de 30 nm (15 kV). Esse equipamento encontra-se no Laboratório de Avaliação e Desenvolvimento de Biomateriais do

Nordeste (CERTIBIO) da Universidade Federal de Campina Grande.

As imagens foram obtidas, em diferentes magnificações, utilizando-se o detector de elétrons secundários (SE) e o detector de elétrons retroespalhados (BSE), nos casos em que se desejou destacar elementos de menor peso atômico.

A composição química foi obtida utilizando-se microsonda de energia dispersiva de raios X (EDX) acoplada aos microscópios. Com o intuito de observar a dispersão dos elementos na matriz, foi realizada análise de mapeamento composicional (também chamado de *color maps*).

Para a análise microestrutural, as amostras foram cortadas no sentido transversal e embutidas a frio com resina acrílica. Em seguida, as amostras foram então lixadas e polidas.

Pela dificuldade de se obter uma face plana e sem riscos em compósito diamantados, a análise microestrutural do material foi realizada somente na liga sem diamantes.

Para a verificação da integridade dos diamantes na matriz metálica após a sinterização, as amostras levadas ao microscópio foram previamente fraturadas.

3.3.4 Ensaio de compressão

Este ensaio foi realizado na máquina de ensaio universal Emic DL2000, com capacidade máxima de 20 kN, no Laboratório de Propriedades Mecânicas (LPM) da Universidade Federal de Santa Catarina.

O ensaio de compressão permitiu mensurar o limite de escoamento do material de modo a avaliar a força de ancoramento do diamante na matriz.

Os procedimentos adotados foram baseados na norma ASTM E 9-09. Os corpos de prova foram compactados na forma cilíndrica, com 10 mm de diâmetro e de altura. Esses cilindros foram submetidos a cargas lentas, de modo contínuo e progressivo, com uma taxa de 1 mm/min.

No tratamento térmico de sinterização, ocorre uma retração volumétrica da peça a verde que gera uma elevada rugosidade na superfície do material. Portanto, no intuito de reduzir o atrito da base da máquina de ensaios com a amostra, fez-se um lixamento nas bases dos cilindros, com uma lixa 600 mesh.

O gráfico gerado pela máquina de ensaio é dado na forma de força (F, em kN) por deslocamento (d, em mm), e por isso, os dados foram trabalhados a fim de se obter a curva de tensão-deformação nominal de cada material.

A tensão nominal, ou de engenharia, (σ , MPa) foi obtida através da equação 1, onde se divide a carga aplicada (F, N) pela área da amostra (A , mm²). Como as amostras não apresentaram um patamar claro do limite de escoamento, cada valor foi obtido através do ponto de interseção de uma reta a 0,2 % da curva de tensão-deformação com a mesma.

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (\text{equação 1})$$

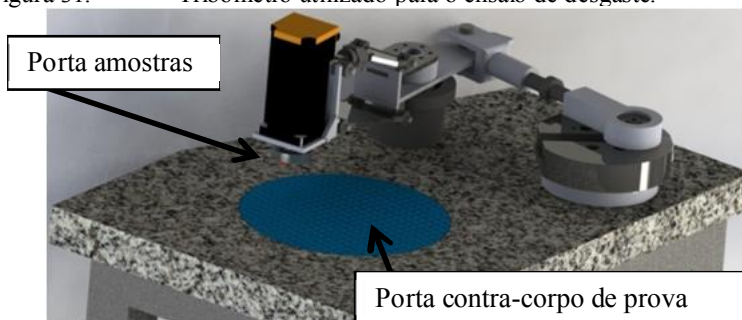
A deformação nominal, ou de engenharia, (ε , mm/mm) foi obtida através da equação 2, onde se divide a variação do comprimento do cilindro (δ , mm) pelo comprimento do cilindro inicial (L_0 , mm).

$$\varepsilon = \frac{\delta}{L_0} \quad (\text{equação 2})$$

3.3.5 Ensaio de desgaste

O ensaio de desgaste foi realizado no tribômetro do Laboratório de Mecânica de Precisão (LMP) da Universidade Federal de Santa Catarina. O equipamento utilizado nesse experimento, como esquematizado na Figura 31, é um tribômetro do tipo pino-disco, possuindo três graus de liberdade de movimentação, com rotação máxima do corpo de prova de 2000 rpm e de 20 rpm do contra-corpo de prova. O equipamento conta também com sistema de lubrificação à água e controle da pressão de contato por atuadores pneumáticos.

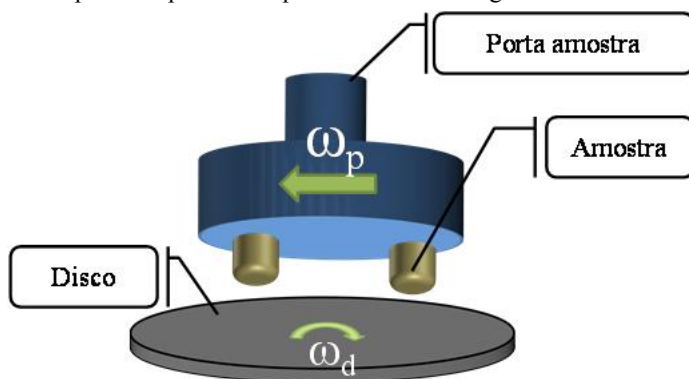
Figura 31. Tribômetro utilizado para o ensaio de desgaste.



O intuito deste ensaio é a reprodução das condições de corte em campo, onde serão analisados: a quantidade de material removido, quantidade de material da ferramenta consumido, o desempenho da ferramenta. relativo ao desgaste da ferramenta e as condições do diamante após o uso.

Tanto a velocidade angular do porta-amostra ω_p quanto a velocidade angular do disco (porta contra-corpo de prova) ω_d são controladas através de um controlador digital dada em rotações por minuto. Na Figura 32, é possível observar parte do aparato experimental envolvido no ensaio de desgaste, bem como as velocidades angulares envolvidas no processo.

Figura 32. Aparato experimental para o ensaio de desgaste.



A velocidade tangencial (V , m/s) é calculada através da equação 3, onde r é a distância radial da amostra em metros.

$$V = \omega \cdot \frac{2\pi}{60} \cdot r \quad (\text{equação 3})$$

A velocidade tangencial depende principalmente do movimento do porta-amostra. A principal função do movimento do disco, Figura 32, é de girar o porcelanato em alguns graus para permitir que os grãos de diamante percorram uma grande área do porcelanato e que o sistema desgaste de forma mais homogênea.

Para o ensaio de desgaste, foi aplicada uma velocidade (ω_p) de 1100 rpm para o porta-amostras e uma velocidade (ω_d) de 1 rpm para o

porcelanato. Utilizando a equação 3 calculou-se a velocidade tangencial das amostras, que no caso, com ω_p igual a 1100 rpm, a velocidade tangencial foi de aproximadamente 7 m/s.

A velocidade do movimento relativo do disco com as amostras, ω_d , não é constante. Essa velocidade varia de acordo com a posição da amostra e depende do raio (r), em que a mesma se encontra no disco. A variação do raio da trajetória percorrida pela amostra, no movimento relativo com o disco é de 2 a 60 mm. Portanto, utilizando a equação 3, tem-se que a velocidade tangencial relativa do disco com a amostra varia de 2×10^{-4} m/s a 62×10^{-4} m/s.

Tomando em consideração que a velocidade causada pela rotação do disco na amostra é extremamente menor (na ordem de 10^{-4}) do que movimento causado pelo porta-amostra, a velocidade tangencial causado pela rotação do disco (ω_d) pode ser desconsiderada.

Durante o ensaio de desgaste, é aplicada 60 N de força (F) nas amostras através do próprio peso do sistema. Considerando que os cilindros possuem 9,4 mm de diâmetro, a pressão (P) em cada cilindro é de aproximadamente 0,4 MPa (equação 4).

$$P = \frac{F}{\pi \cdot r^2} \quad (\text{equação 4})$$

Foram realizadas oito condições de teste, sendo que para cada condição foram feitos dois ensaios. Para cada ensaio, foram produzidas duas amostras que foram colocadas diametralmente em lados opostos, como ilustrado na Figura 32.

Para ajudar na avaliação do ensaio de desgaste e verificação da existência de diamantes prematuramente removidos, foi necessária a análise dos resíduos de corte através do estereoscópio. Esses resíduos foram coletados através de um dispositivo confeccionado para tal função. Esta mistura, de material removido com resíduos da ferramenta de corte, foi decantada e seca. Para eliminar os metais provenientes da matriz metálica da ferramenta, assim como permitir a visualização dos diamantes, a mesma foi atacado com água-régia. Após o ataque, esse material foi lavado em água corrente e seco em estufa. Finalmente, o material foi classificado com peneiras com abertura de 150 μm e 500 μm .

3.4 DESENVOLVIMENTO DA MATRIZ METÁLICA À BASE DE NÍQUEL

Nesta etapa foram desenvolvidas ligas metálicas à base de níquel com adições de cobalto e cromo. Variando a porcentagem em peso de cada material e a temperatura de sinterização foi avaliada a densidade teórica relativa e o limite de escoamento de cada liga.

Foi realizado o delineamento experimental da matriz metálica à base de níquel para obter a melhor proporção de níquel cobalto e cromo. O delineamento experimental e a matriz de experimentos foram realizados com o auxílio do programa computacional JMP®, onde ao final deste estudo foi eleita a composição que melhor se adequa aos parâmetros de processamento juntamente com as propriedades requeridas pela ferramenta.

Com intuito de alcançar a máxima densificação do compósito diamantado, foi necessário realizar alguns estudos a fim de ajustar os parâmetros de fabricação. Primeiramente, foi realizado um estudo de compactabilidade do pó para conhecer o comportamento do material após compactação. Posteriormente, foi realizado um estudo da quantidade de lubrificante para se obter a mais elevada densidade possível.

3.4.1 Delineamento experimental para o desenvolvimento da matriz metálica

A seguir, serão descritos os procedimentos para o delineamento experimental para a formulação de composições voltadas para o desenvolvimento da matriz metálica. Para tal, serão realizados o delineamento experimental, a análise de quantidade mínima de amostras, a análise de variância e os testes estatísticos de significância. Tais procedimentos serão realizados, através da técnica de *Design of Experiments*, com o auxílio do programa computacional JMP®.

Primeiramente, para o início do delineamento experimental, foram determinadas as respostas do experimento, cujos valores forneceram os dados requeridos para a geração dos modelos. Essas respostas, assim como os alvos desejáveis, podem ser observadas no Quadro 9.

Quadro 9. Respostas utilizadas para o delineamento experimental da mistura do pós da matriz metálica.

| Respostas | Alvo |
|----------------------|-------------|
| Densificação | Maximizar |
| Limite de escoamento | Maximizar |

Cada conjunto de respostas é ajustado a um modelo matemático, que será válido para as mesmas variáveis de processamento e matérias-primas utilizados neste experimento.

Em seguida foram determinadas as variáveis de processamento, o tipo de variável e seus limites. As variáveis de controle adotadas para esses experimentos estão dispostas no Quadro 10.

Com o intuito de observar o efeito na interação dos termos utilizados no experimento foram adicionados ao modelo interações de segunda ordem.

Quadro 10. Variáveis de processamento utilizadas no delineamento experimental.

| Variáveis | Tipo | Limites |
|------------------------------------|-------------|----------------|
| Matéria-prima | Mistura | |
| Cobalto | | 10-90 %wt |
| Níquel | | 10-90 %wt |
| Cromo-Ferro | | 0-20 %wt |
| Lubrificante | Fixa | 0,8 %wt |
| Pressão de Compactação | Fixa | 300 MPa |
| Temperatura de sinterização | Contínua | 950-1050 °C |

Através do programa computacional, foram gerados o número necessário de experimentos e o planejamento experimental, para a realização dos ensaios.

Para a análise dos resultados foi gerado um modelo matemático experimental, utilizando a técnica dos mínimos quadrados, com ênfase no *Screening Design*, através do programa JMP®. Esse delineamento estatístico experimental visa identificar e quantificar os principais termos que influenciam no processamento das ligas desenvolvidas.

Como o modelo adotado pode não ser o mais adequado, para avaliar a qualidade e a significância do modelo, realizaram-se análises de variância e análise da capacidade preditivas do modelo através do programa JMP®.

As análises de variância (ANOVA) serão realizadas com um nível significância de 95 %, ou seja, com um fator (α) de 0,05.

Ao final desta etapa, foram eleitas as principais variáveis que influenciam na resposta do processo, bem como, serão selecionados os melhores parâmetros de processamento para a produção do compósito diamantado à base de níquel.

3.4.2 Estudo da compactabilidade dos pós

Foi realizado um estudo da compactabilidade dos pós, cujos métodos adotados foram baseados na norma ASTM B 331-10.

Para avaliar o comportamento da compactabilidade do pó em função da pressão de compactação, foram produzidos corpos de prova de geometria cilíndrica, com altura de 3 mm e com diâmetro de 10 mm. Os mesmos foram submetidos a pressões de compactação entre 50 e 700 MPa. Para gerar a curva de compactabilidade, foram obtidos oito pontos nesse intervalo, sendo que cada ponto corresponde à média da densidade de três amostras.

A densidade aparente do material, ou seja, a densidade do pó solto foi calculada através da razão entre a massa de pó ocupada em um recipiente (com volume conhecido) e o volume do mesmo. Para determinar essa densidade foi realizada a média de dez medidas.

As amostras foram produzidas com uma mistura de níquel e cobalto na proporção em peso de 1:1, com 0,8 %wt estearato de zinco para atuar como lubrificante. A pressão de compactação foi de 300 MPa e a temperatura de sinterização em atmosfera controlada com um patamar de 1000 °C durante uma hora.

Para analisar o comportamento da compactabilidade do pó em função da quantidade de lubrificante, foram confeccionados corpos de

prova cilíndricos com 10 mm de diâmetro por 10 mm de altura. As amostras foram produzidas com uma mistura de níquel e cobalto na proporção em peso de 1:1. O percentual em peso de lubrificante foi variado de 0,8 a 2 %wt, sendo que para cada composição foram produzidas três amostras. A pressão de compactação foi de 700 MPa e a temperatura de sinterização, em atmosfera controlada, foi de 1000 °C durante uma hora.

3.5 DESENVOLVIMENTO DOS COMPÓSITOS DIAMANTADOS PARA O ENSAIO DE DESGASTE

Após o desenvolvimento da matriz metálica, à base de níquel, foi avaliado o efeito tribológico causado pela adição de cromo nos compósitos à base de níquel.

Nesta etapa, foi realizado o delineamento experimental para o ensaio de desgaste, tendo como base os parâmetros obtidos anteriormente neste trabalho. O delineamento experimental e a matriz de experimentos serão realizados através do programa computacional JMP®, onde ao final desse, foi gerado um modelo matemático interativo que permitiu conhecer o efeito dos elementos utilizados no ensaio de desgaste.

Foram fabricados quatro conjuntos de amostras, seguindo o fluxograma de produção do compósito via moldagem por compactação uniaxial da Figura 29, com quatro diferentes composições. Como mostra o Quadro 14, basicamente os compósito foram fabricados com uma matriz formada por 72 % em peso de níquel, 28 % de cobalto e adições de CrFe, Cr_3C_2 e Mo.

A adição de cromo visa aumentar a vida útil da ferramenta através da ancoragem química entre o diamante-cromo-matriz. Para tal, foi adicionado cromo na forma de uma liga de cromo (Cr - 25 %wt Fe) e na forma de carbeto de cromo (Cr_3C_2).

O compósito foi produzido com 4 % em peso de diamante, correspondente a cerca de 13 % em volume (considerando que a densidade do diamante é de 3,48 g/cm³).

Ainda para auxiliar na retenção do diamante na matriz, o compósito foi fabricado com diamantes revestidos com cromo. O elemento cromo foi adicionado também à liga com a intenção de retardar a difusão entre o revestimento do diamante com a matriz. A adição destes elementos também visa aumentar a dureza da matriz metálica por solução sólida e auxiliar no ancoramento químico do diamante na matriz.

Em um dos casos, com o intuito de aumentar a dureza do material, foi adicionado à liga metálica 4 % em peso de molibdênio.

Para atuar na lubrificação do pó durante a compactação, foi adicionado à mistura 1,2 % em peso de estearato de zinco. A pressão de compactação foi de 700 MPa.

A remoção do lubrificante foi realizada, durante o processo de sinterização, aquecendo o material e mantendo-o a uma temperatura de 550 °C por 60 minutos. A temperatura de sinterização foi de 1100 °C por um tempo de 60 minutos, a taxa de aquecimento utilizada na sinterização foi de 10 °C/min. Como existe uma grande dificuldade em se obter uma superfície com uma área plana que permita a análise da microestrutura, nos compósitos diamantados, as análises metalográficas foram realizadas em amostras sem a adição de diamante.

Análises fractográficas foram realizadas para verificar a condição do diamante quanto a reações químicas e quanto à degradação do diamante. Essas amostras foram analisadas com o microscópio eletrônico.

Ainda na linha de investigações da ocorrência de reações no diamante, algumas amostras foram submetidas ao ataque de água régia para a remoção da matriz de níquel e obtenção das partículas de diamante. Após a corrosão completa do níquel as amostras foram limpas com água corrente, secas e submetidas ao microscópio ótico.

3.5.1 Delineamento experimental para o ensaio de desgaste

A seguir, serão descritos os procedimentos para o delineamento experimental das composições para o ensaio de desgaste. Para isso, foram realizados o delineamento experimental, a análise de quantidade mínima de amostras, a análise de variância e os testes estatísticos de significância. Tais procedimentos foram realizados através da técnica de *Design of Experiments*, com o auxílio do programa computacional JMP®.

Primeiramente, para o início do delineamento experimental, foram determinadas as respostas do experimento, cujos valores forneceram os dados requeridos para a geração dos modelos. Estas respostas, assim como os alvos desejáveis, podem ser observadas no Quadro 11.

Quadro 11. Respostas utilizadas para o delineamento experimental para o ensaio de desgaste.

| Respostas | Alvo |
|--------------------------|-------------|
| Consumo de Ferramenta | Minimizar |
| Remoção de material | Maximizar |
| Desempenho da ferramenta | Maximizar |

Cada conjunto de respostas é ajustado a um modelo matemático, que será válido para as mesmas variáveis de processamento e matérias-primas utilizados neste experimento.

Em seguida, foram determinadas as variáveis de controle, o tipo de variável e seus limites. As variáveis de controle adotadas para esses experimentos estão dispostas no Quadro 12. O aumento da concentração de lubrificante, da temperatura e da pressão de compactação foram baseadas nos resultados obtidos anteriormente, mas especificamente na seção 4.1 deste trabalho.

Com o intuito de observar o efeito na interação dos termos utilizados no experimento foram adicionados ao modelo interações de segunda ordem.

Quadro 12. Variáveis de entrada no delineamento experimental para o ensaio de desgaste.

| Variáveis | Tipo | Limites |
|-------------------|-------------|----------------|
| Matriz | Mistura | |
| $72\ Ni - 28\ Co$ | | 92 - 100 %wt |
| Cr_3C_2 | | 0 - 4 %wt |
| $CrFe$ | | 0 - 4 %wt |
| Mo | | 0 - 4 %wt |
| Diamante | Categórica | 4 %wt |

(continua na próxima página)...

| | | |
|------------------------------------|------|---------|
| Revestido com cromo | | |
| Não Revestido | | |
| Lubrificante | Fixa | 1,2 %wt |
| Pressão de compactação | Fixa | 700 MPa |
| Temperatura de sinterização | Fixa | 1100 °C |

Através do programa computacional, foram gerados o número necessário de experimentos e o planejamento experimental, para a realização dos ensaios.

Para a análise dos resultados foi gerado um modelo matemático experimental, utilizando a técnica dos mínimos quadrados, com ênfase no *Screening Design*, através do programa JMP®. Esse delineamento estatístico experimental visa identificar e quantificar os principais termos que influenciam no processamento dos compósitos diamantados desenvolvidos.

Como o modelo adotado pode não ser o mais adequado, para avaliar a qualidade e a significância do modelo, realizaram-se análises de variância e análise da capacidade preditivas do modelo através do programa JMP®. As análises de Variância (ANOVA) serão realizadas com um nível significância de 95 %, ou seja, com um fator (α) de 0,05.

Para auxiliar na interpretação dos dados no delineamento experimental, foi realizada uma análise de componentes principais, técnica também chamada de PCA (*Principal Component Analysis*).

Através do programa computacional estatístico JMP®, com os resultados do delineamento experimental, foi realizado a análise de componentes principais. Essa técnica auxiliou na interpretação dos resultados e também permitiu visualizar as interações das variáveis do ensaio de desgaste.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo, são apresentados e discutidos os resultados experimentais obtidos durante o desenvolvimento do trabalho. Apresenta-se o desenvolvimento da matriz metálica à base de níquel e o ensaio de desgaste no tribômetro do tipo pino-disco.

4.1 DESENVOLVIMENTO DA MATRIZ METÁLICA À BASE DE NÍQUEL

Nesta seção são apresentados os resultados obtidos no desenvolvimento da matriz metálica à base de níquel por compactação uniaxial a frio. Em um primeiro momento, são apresentados os resultados obtidos no delineamento experimental estatístico do desenvolvimento da matriz metálica à base de níquel. Em seguida serão apresentados os resultados das análises microestruturais, realizado nas ligas metálicas, para o desenvolvimento da matriz metálica. Por fim, são apresentados os resultados obtidos no estudo do comportamento do pó na compactabilidade em função da pressão de compactação e do teor de lubrificante.

4.1.1 Delineamento experimental de mistura para o desenvolvimento da matriz metálica.

Nesta seção são apresentados os resultados obtidos no delineamento experimental de mistura para o desenvolvimento da matriz metálica à base de níquel.

A média dos resultados de densidade a verde relativa à teórica, obtidos no delineamento experimental após a moldagem dos pós, estão dispostos no Quadro 13.

Quadro 13. Resultados de densidade a verde no desenvolvimento da matriz metálica à base de níquel.

| <i>Liga</i> | <i>ρ_{rv} - Densidade relativa à verde (g/cm³/g/cm³)</i> | |
|-----------------------|---|--------|
| Co 10Ni 20FeCr | 62,4 % | +0,3 % |
| Co 10Ni 10FeCr | 61,4 % | +0,1 % |
| Co 10Ni | 59,4 % | +0,1 % |
| NiCo | 61, % | +0,2 % |

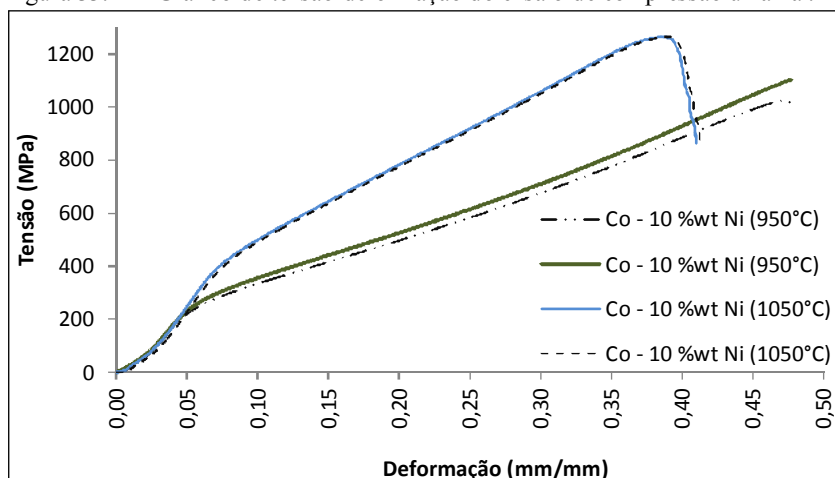
(continua na próxima página)...

| | | |
|------------------------|--------|--------|
| Ni 10Co 20 FeCr | 64,6 % | +0,1 % |
| Ni 10Co 10 FeCr | 63,9 % | +0,1 % |
| Ni 10Co | 64,7 % | +0,2 % |
| NiCo 0,08FeCr | 63,5 % | +0,2 % |

Confrontando os resultados contidos no Quadro 13, observa-se que o cobalto prejudicou a compactação a verde, assim como, a adição das partículas de CrFe foram benéficas para a densificação na compactação. O aumento da compactabilidade em função das partículas de cromo pode ser explicada pelo favorecimento da escoabilidade (devido ao tamanho das partículas) dos pós contendo as partículas de CrFe.

Os gráficos de tensão-deformação, utilizados para a medição do limite de escoamento, apresentaram um comportamento similar para cada conjunto de ensaios. É possível observar esse comportamento na Figura 33, onde as curvas apresentaram uma boa repetibilidade dos resultados.

Figura 33. Gráfico de tensão-deformação do ensaio de compressão uniaxial.



Os resultados das medições das respostas do delineamento experimental obtidas nos experimentos estão dispostos no Quadro 14.

Quadro 14. Os resultados das respostas para o desenvolvimento de uma matriz à base de níquel.

| | <i>Ni</i> (%wt) | <i>Co</i> (%wt) | <i>CrFe</i> (%wt) | <i>Ts</i> (°C) | ρ_r (g/cm ³ / g/cm ³) | <i>LE</i> (MPa) |
|----|--------------------|--------------------|----------------------|----------------|--|--------------------|
| 1 | 0,1 | 0,7 | 0,2 | 950 | 0,69 | 210 |
| 2 | 0,1 | 0,7 | 0,2 | 950 | 0,69 | 205 |
| 3 | 0,1 | 0,7 | 0,2 | 1050 | 0,79 | 285 |
| 4 | 0,1 | 0,7 | 0,2 | 1050 | 0,77 | 320 |
| 5 | 0,1 | 0,8 | 0,1 | 950 | 0,71 | 280 |
| 6 | 0,1 | 0,8 | 0,1 | 950 | 0,71 | 260 |
| 7 | 0,1 | 0,9 | - | 950 | 0,71 | 240 |
| 8 | 0,1 | 0,9 | - | 950 | 0,69 | 220 |
| 9 | 0,1 | 0,9 | - | 1050 | 0,86 | 370 |
| 10 | 0,1 | 0,9 | - | 1050 | 0,86 | 390 |
| 11 | 0,46 | 0,46 | 0,08 | 1050 | 0,84 | 340 |
| 12 | 0,46 | 0,46 | 0,08 | 1050 | 0,84 | 270 |
| 13 | 0,5 | 0,5 | - | 950 | 0,73 | 220 |
| 14 | 0,5 | 0,5 | - | 950 | 0,73 | 210 |
| 15 | 0,7 | 0,1 | 0,2 | 950 | 0,74 | 210 |
| 16 | 0,7 | 0,1 | 0,2 | 950 | 0,73 | 210 |
| 17 | 0,7 | 0,1 | 0,2 | 1050 | 0,79 | 250 |
| 18 | 0,7 | 0,1 | 0,2 | 1050 | 0,74 | 270 |
| 19 | 0,8 | 0,1 | 0,1 | 950 | 0,77 | 225 |
| 20 | 0,8 | 0,1 | 0,1 | 950 | 0,79 | 220 |
| 21 | 0,9 | 0,1 | - | 950 | 0,77 | 310 |
| 22 | 0,9 | 0,1 | - | 950 | 0,77 | 310 |
| 23 | 0,9 | 0,1 | - | 1050 | 0,88 | 330 |
| 24 | 0,9 | 0,1 | - | 1050 | 0,89 | 330 |

Os resultados indicam que a temperatura teve grande influência no limite de escoamento e na densificação do material, entretanto, somente será possível quantificar essa influência após o delineamento experimental, onde, também será possível analisar o efeito dos elementos de liga nas propriedades do material.

Estes valores foram utilizados para alimentar o programa computacional JMP® que gerou um modelo matemático experimental ajustado com o método dos mínimos quadrados enfatizando o efeito dos parâmetros selecionados (percentual dos materiais adicionados e temperatura de sinterização) sobre as propriedades finais dos corpos de prova (limite de escoamento e densidade).

4.1.1.1 Delineamento experimental estatístico gerado pela resposta da densidade relativa à teórica

Após a geração do modelo matemático experimental ajustado com o método dos mínimos quadrados foi realizado a análise de variância. A análise de variância com relação à resposta de densidade relativa à teórica da liga sinterizada está disposta no Quadro 15.

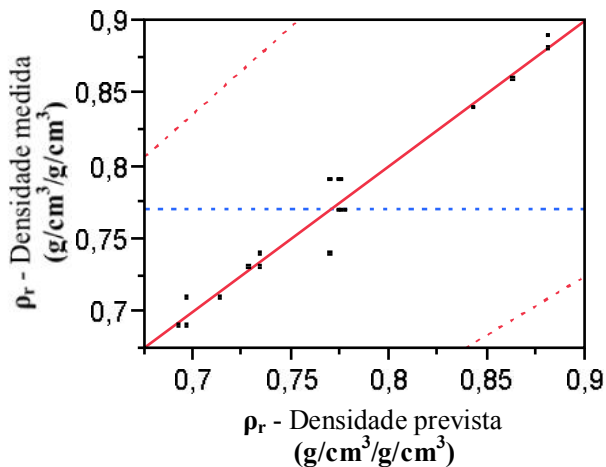
Quadro 15. Análise de variância de resposta da densidade relativa à teórica.

| <i>Recurso</i> | <i>GL</i> | <i>SQ</i> | <i>MQ</i> | <i>Teste F</i> |
|-----------------|-----------|-----------|-----------|-------------------|
| Modelo | 8 | 0,0879 | 0,0109 | 69,50 |
| Erro | 15 | 0,0024 | 0,00015 | Prob> F |
| C. total | 23 | 0,0902 | | |

Na análise de variância de resposta da densidade relativa à teórica, nota-se que o valor do teste estatístico ficou abaixo de 0,05, indicando que o modelo experimental tem uma boa significância na previsão dos resultados.

O modelo experimental estatístico gerado pela resposta da densidade do sinterizado relativa à teórica apresentou um alto grau de capacidade preditiva, com um coeficiente de determinação (R^2) igual a 0,97. É possível observar esta significância no gráfico de resíduos da Figura 34, onde a distribuição, da resposta da densidade relativa à teórica, apresentou uma pequena dispersão nos resultados de densidade prevista em função da densidade medida.

Figura 34. Gráfico de resíduos do modelo de resposta da densidade relativa à teórica.



Os resultados obtidos na verificação da influência das variáveis utilizadas sobre a resposta da densidade relativa à teórica estão dispostos no Quadro 16.


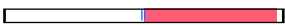





Quadro 16. Estimativa dos parâmetros de resposta da densidade relativa à teórica.

| <i>Termo</i> | <i>Estimado</i> | <i>Erro Padrão</i> | <i>Prob>t</i> |
|------------------|-----------------|--------------------|------------------|
| (Co-0,1)/0,8 | 0,829 | 0,006 | <0,0001 |
| (Ni-0,1)/0,8 | 0,779 | 0,006 | <0,0001 |
| Ni*Temperatura | 0,0833 | 0,005 | <0,0001 |
| Co*Temperatura | 0,051 | 0,005 | <0,0001 |
| FeCr*Temperatura | -0,084 | 0,022 | 0,0016 |
| Ni*FeCr | 1,254 | 0,401 | 0,0069 |
| Co*FeCr | 1,151 | 0,401 | 0,0117 |
| FeCr | -0,344 | 0,303 | 0,274 |
| Co*Ni | -0,035 | 0,033 | 0,299 |

Na estimativa dos parâmetros de resposta da densidade relativa à teórica, observou-se que os termos cobalto e níquel possuem a maior influência nos resultados. Nota-se também que a temperatura teve grande influência nos termos do níquel e cobalto. Os termos FeCr e Co*Ni não são representativos pois obtiveram um valor baixo nos testes estatístico.

No Quadro 17 é possível observar a estimativa dos parâmetros de resposta da densidade relativa à teórica. Observa-se que os termos Co e Ni possuem a maior influência nos resultados. Nota-se também que a temperatura influenciou positivamente nos termos Co e Ni.

Quadro 17. Influência das variáveis significantes nos parâmetros de resposta da densidade relativa à teórica.

| Termo | Influência (Teste t) | |
|--------------|-----------------------------|---|
| (Co-0,1)/0,8 | 135,26 |  |
| (Ni-0,1)/0,8 | 127,15 |  |
| Ni*Temp. | 16,64 |  |
| Co*Temp. | 10,32 |  |
| FeCr*Temp. | -3,84 |  |
| Ni*FeCr | 3,13 |  |
| Co*FeCr | 2,87 |  |

4.1.1.2 Delineamento experimental estatístico gerado pela resposta do limite escoamento

Após a geração do modelo matemático experimental ajustado com o método dos mínimos quadrados foi realizado a análise de variância. A análise de variância com relação à resposta do limite de escoamento da liga sinterizada está disposta no Quadro 18.

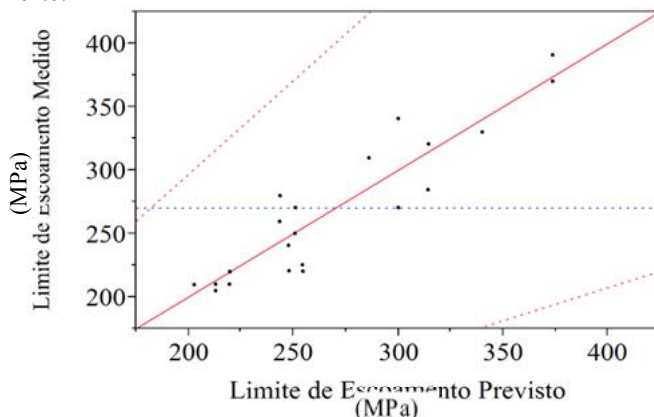
Quadro 18. Análise de variância de resposta do limite de escoamento.

| Recurso | <i>GL</i> | <i>SQ</i> | <i>MQ</i> | Teste F |
|-----------------|-----------|-----------|-----------|-----------------------------|
| Modelo | 8 | 61916,95 | 7739,62 | 11,43 |
| Erro | 15 | 10157,00 | 677,13 | Prob> F 0,0001 |
| C. total | 23 | 72073,95 | | |

Na análise de variância de resposta do limite de escoamento, nota-se que o valor do teste estatístico ficou abaixo de 0,05, indicando que o modelo experimental tem uma boa significância na previsão dos resultados.

O modelo experimental estatístico gerado pela resposta do limite de escoamento apresentou um alto grau de capacidade preditiva, com um coeficiente de determinação (R^2) igual a 0,86. É possível observar esta significância no gráfico de resíduos da Figura 35, onde a distribuição, da resposta do limite de escoamento, apresentou uma pequena dispersão nos resultados do limite de escoamento previsto em função do limite de escoamento medido.

Figura 35. Gráfico de resíduos do modelo de resposta do limite de escoamento.



A dispersão dos resultados do gráfico de resíduos da Figura 35 é superior ao do modelo de densificação do material que está contido na seção 4.1.1.1. Essa dispersão superior dos resultados é devida em parte

às características intrínsecas de cada amostra e, principalmente, pelo método adotado para a medição do limite de escoamento. Para diminuir esta dispersão é necessário adotar medidas que aumentem a reprodutibilidade do ensaio de compressão, através do emprego de materiais com baixíssimo atrito nos apoios das amostras e da medição instantânea da deformação diametral das amostras (extensômetro). Ainda com o intuito de aumentar a confiabilidade do modelo, necessita-se aumentar o número de amostragem para conhecer melhor a população e para melhorar a precisão de previsão do modelo.

Os resultados obtidos na verificação da influência das variáveis utilizadas sobre a resposta do limite de escoamento estão dispostos no Quadro 19

Na estimativa dos parâmetros de resposta do limite de escoamento, observou-se que os termos cobalto e níquel possuem a maior influência nos resultados. Os termos FeCr, Ni*FeCr, FeCr, Co*FeCr e FeCr*Temp não são representativos, pois obtiveram um valor baixo nos testes estatísticos.






Quadro 19. Estimativa dos parâmetros de resposta do limite de escoamento.

| <i>Termo</i> | <i>Estimado</i> | <i>Erro Padrão</i> | <i>Teste F</i> | <i>Prob>t</i> |
|---------------------|------------------------|---------------------------|-----------------------|-------------------------|
| (Co-0,1)/0,8 | 312,70 | 12,68 | 24,65 | <0,0001 |
| (Ni-0,1)/0,8 | 310,48 | 12,68 | 24,48 | <0,0001 |
| Ni*Temp | 63,00 | 10,35 | 6,08 | <0,0001 |
| Co*Ni | -189,44 | 68,37 | -2,77 | 0,0143 |
| Co*Temp | 26,95 | 10,35 | 2,60 | 0,0200 |
| Ni*FeCr | 853,13 | 829,90 | 1,03 | 0,3203 |
| FeCr/0,8 | -517,64 | 628,84 | -0,82 | 0,4233 |
| Co*FeCr | 646,71 | 829,91 | 0,78 | 0,4479 |
| FeCr*Temp | 14,67 | 45,67 | 0,32 | 0,7524 |

Já no Quadro 20 é possível observar a estimativa dos parâmetros de resposta do limite de escoamento, observa-se que os termos Co e Ni possuem a maior influência nos resultados. Nota-se também que a

temperatura influenciou positivamente nos termos Co e Ni, entretanto, a influência da temperatura é duas vezes maior no níquel no que do cobalto.

Quadro 20. Influência das variáveis significantes nos parâmetros de respostado limite de escoamento.

| Termo | Influência (Teste t) | |
|--------------|----------------------|---|
| (Co-0,1)/0,8 | 24,65 |  |
| (Ni-0,1)/0,8 | 24,48 |  |
| Ni*Temp | 6,08 |  |
| Co*Ni | -2,77 |  |
| Co*Temp | 2,60 |  |

4.1.1.3 Gráfico de previsão de resposta

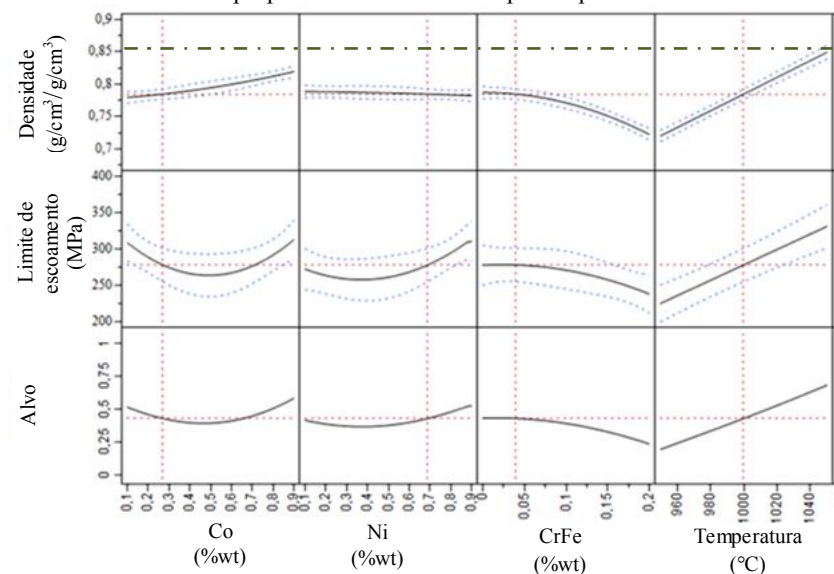
A seguir, ainda com o programa estatístico computacional, foi construído um gráfico interativo de previsão de resposta (Figura 36), onde é possível observar a superfície de resposta e permite analisar os parâmetros de processamento e mistura dos pós metálicos. O gráfico da Figura 36 é um corte da superfície de resposta dos modelos estatísticos experimentais da densidade e de limite de escoamento, ou seja, os gráficos a seguir correspondem à projeção em duas dimensões da superfície de resposta.

Como visto anteriormente no Quadro 13, a adição de CrFe melhorou a compactabilidade do material, entretanto, após a sinterização das amostras nota-se que densificação e o limite de escoamento foram prejudicados pelo aumento da concentração de CrFe em proporções maiores que cinco por cento em peso de CrFe. Essa influência negativa sobre a densificação e o limite de escoamento em função da concentração de CrFe pode ser explicada, em parte, pela falta de temperatura necessária para a sinterização do cromo e também por uma possível oxidação das partículas de CrFe (Figura 38).

Nota-se também que, apesar do aumento da concentração de cobalto na mistura prejudicar a compactação dos pós (Quadro 13), a densidade relativa à teórica e o limite de escoamento das amostras aumentaram com o aumento na concentração de cobalto. Em

comparação com o níquel, o cobalto apresenta uma molhabilidade superior e possui uma temperatura de sinterização mais baixa (ASM INTERNATIONAL, 2000). O ganho na densificação do material com o aumento da concentração de cobalto após a sinterização advém principalmente dessa maior molhabilidade e menor temperatura de sinterização que o cobalto apresenta.

Figura 36. Gráfico interativo de previsão de resposta dos parâmetros selecionados sobre as propriedades finais dos corpos de prova.



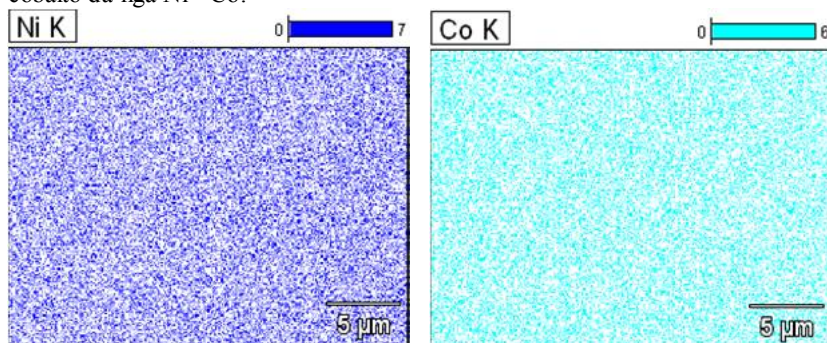
Verificou-se que a temperatura de sinterização teve grande influência na sinterabilidade do material, entretanto, o modelo indicou que, com os parâmetros de processamento atuais, a máxima densidade alcançada (com temperatura de 1050°C) seria de aproximadamente 85 % da densidade relativa à teórica, ou seja, com a utilização dos parâmetros atuais a densidade ficaria abaixo do que é encontrado na literatura (seção 2.2.2). Este ponto pode ser visualizado na linha tracejada em verde do gráfico do modelo de resposta da densidade (Figura 36).

4.1.2 Análise microestrutural para o desenvolvimento da matriz metálica.

A seguir, serão apresentados os resultados das análises microestruturais, realizado nas ligas metálicas, para o desenvolvimento da matriz metálica.

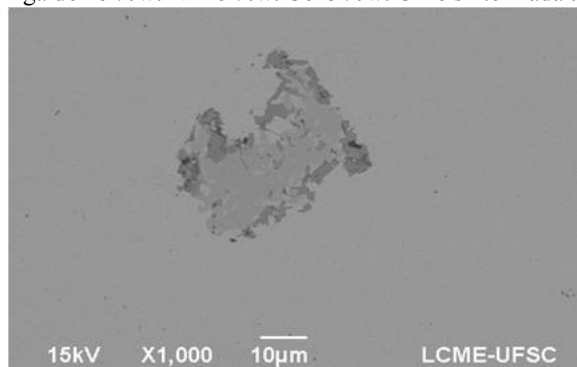
Em geral, as amostras, produzidas no desenvolvimento da matriz metálica, apresentaram uma boa sinterização. Como é possível observar na análise composicional da liga Ni - Co, disposta na Figura 37, os pós de níquel e cobalto obtiveram uma ótima homogeneidade entre si, ou seja, o processo de mistura dos pós através do moinho planetário foi adequada para a homogeneidade das partículas metálicas.

Figura 37. Mapeamento composicional evidenciando os elementos níquel e cobalto da liga Ni - Co.



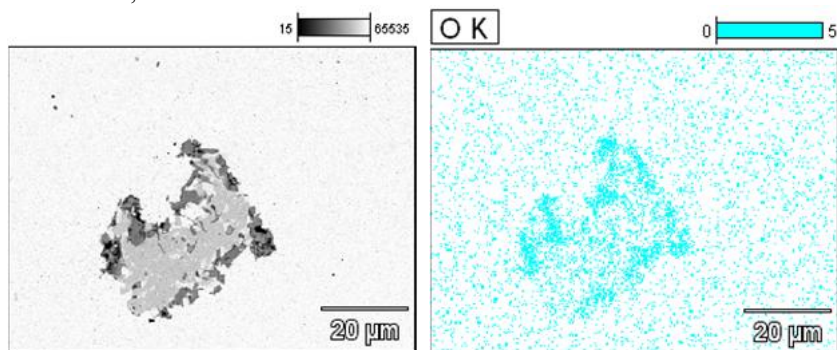
Como exemplifica a Figura 38, nas ligas em que foram adicionadas cromo-ferro (Cr - 25 %wt Fe), foram encontrados partículas que não solubilizadas totalmente na matriz.

Figura 38. Liga de 46 %wt Ni-46 %wt Co-8 %wt CrFe sinterizada a 1050°C.



Estas partículas não solubilizaram totalmente na matriz devido em parte ao tamanho muito superior do pós de cromo-ferro e, em parte, devido a uma oxidação das partículas de cromo-ferro. Essa oxidação, ilustrada na Figura 38 é confirmada no mapeamento composicional, como mostra a Figura 39.

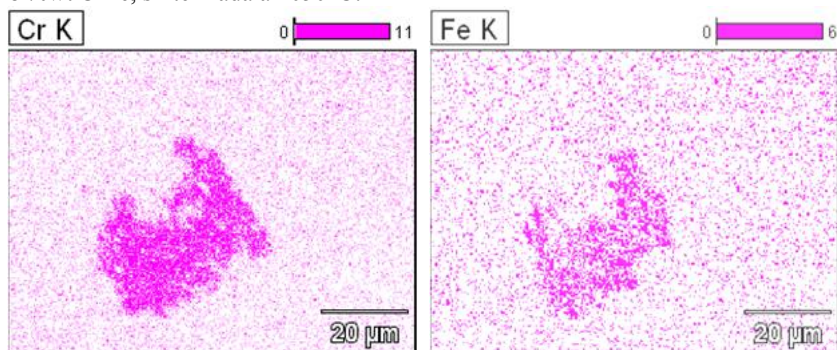
Figura 39. Mapeamento composicional da liga 46 %wt Ni-46 %wt Co-8 %wt CrFe, sinterizada a 1050°C.



Esta oxidação procede com os resultados obtidos anteriormente no modelo de resposta do desenvolvimento da matriz metálica, onde o aumento da concentração de cromo-ferro prejudicou a densificação e o limite de escoamento do material.

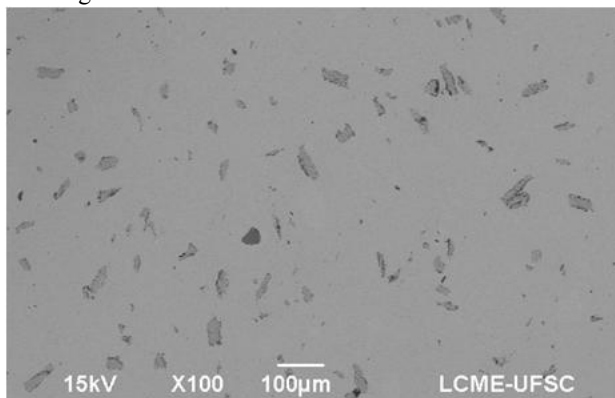
Apesar de apresentarem uma oxidação na superfície das partículas, o ensaio composicional, disposto na Figura 40, mostrou que os elementos cromo e ferro difundiram na matriz.

Figura 40. Mapeamento composicional da liga 46 %wt Ni - 46 %wt Co - 8 %wt CrFe, sinterizada a 1050°C.



Estas partículas, embora não solubilizadas, apresentaram visualmente uma boa dispersão na matriz, como mostra a Figura 41.

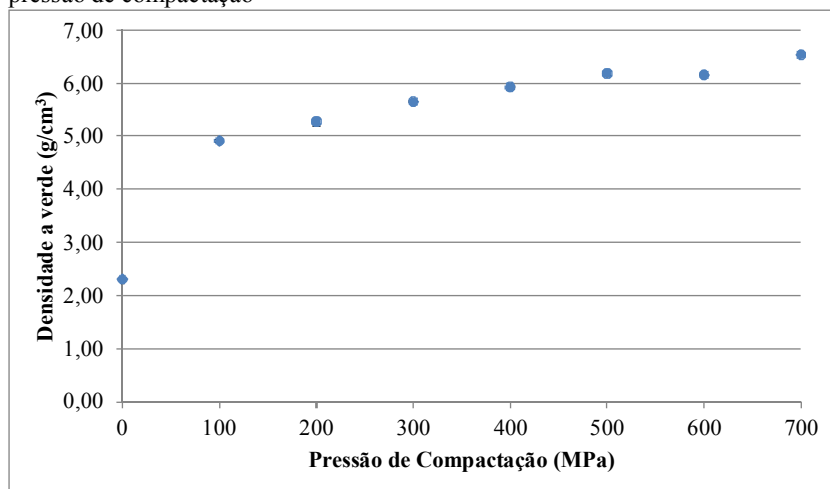
Figura 41. Liga de Ni-10 %wt Co -10 %wt CrFe sinterizada a 950°C.



4.1.3 Estudo da compactabilidade dos pós de níquel-cobalto

Os resultados obtidos no ensaio de compactabilidade, em função da pressão de compactação, estão dispostos no gráfico da Figura 42.

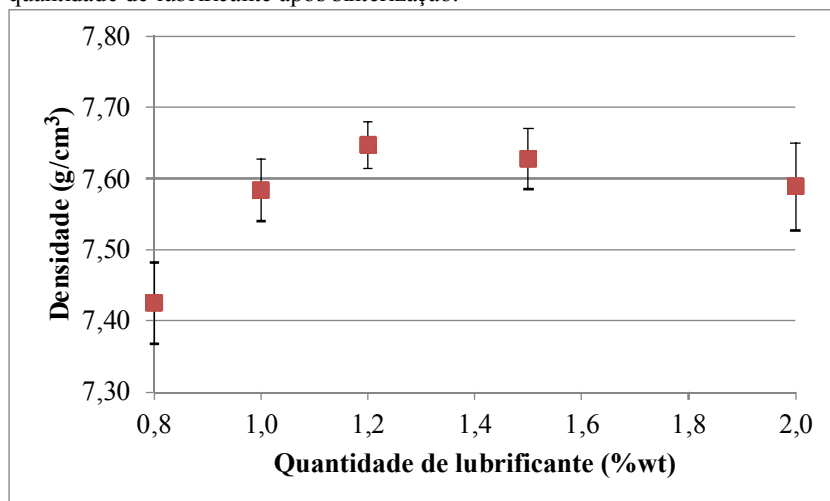
Figura 42. Ensaio de compactabilidade da liga níquel-cobalto em função da pressão de compactação



No gráfico de compactabilidade, é possível observar que a pressão de compactação com a maior densificação foi a de 700 MPa, atingindo uma densidade a verde de $6,53 \text{ g/cm}^3$. Considerando que a densidade teórica dos pós é de $8,75 \text{ g/cm}^3$, as amostras atingiram na compactação até 75 % da densidade teórica.

Os resultados, obtidos no ensaio de compactabilidade em função da quantidade de lubrificante após sinterização, estão dispostos no gráfico da Figura 43.

Figura 43. Ensaio de compactabilidade da liga níquel cobalto em função da quantidade de lubrificante após sinterização.



O comportamento das amostras na compactação mostrou que quanto maior a quantidade de lubrificante, maior foi a densidade relativa a verde, entretanto, após a sinterização observa-se que o melhor resultado foi obtido com a adição de 1,2 % de estearato de zinco, atingindo uma densidade de $7,65 \text{ g/cm}^3$.

Considerando que a densidade teórica dos pós é de $8,91 \text{ g/cm}^3$, as amostras sinterizadas atingiram uma densidade relativa à teórica de 85 %. Tendo em vista que as amostras foram sinterizadas a 1000°C e o modelo estatístico, da seção 4.1.1.3, indicou uma densidade relativa à teórica de 85% (na temperatura de sinterização de 1100°C) verifica-se que houve um grande aumento na densificação da amostra.

4.2 DESENVOLVIMENTO DOS COMPÓSITOS DIAMANTADOS PARA O ENSAIO DE DESGASTE

A seguir, são apresentados os resultados obtidos no desenvolvimento do compósito diamantado, à base de níquel, para a avaliação do efeito tribológico causado pela adição de cromo.

Nesses resultados estão incluídos os valores de densificação dos compósitos desenvolvidos e as análises microestruturais das ligas destes compósitos. Em seguida, são apresentados os resultados das análises microestruturais dos diamantes após o ensaio de desgaste.

Finalmente, são apresentados os resultados obtidos no delineamento experimental para o estudo do efeito tribológico causado pela adição de cromo. Onde são apresentados os delineamentos experimentais estatísticos gerados pelas respostas obtidas no ensaio de desgaste, assim como a análise de componentes principais.

Os diferentes compósitos produzidos para o ensaio de desgaste obtiveram uma sinterabilidade semelhante, como mostra o Quadro 21. Nota-se que a densidade dos compósitos, tanto após compactação quanto após a sinterização, variaram menos que 1 %.

As ligas fabricadas para a verificação das propriedades de cada matriz metálica apresentaram uma densidade relativa à teórica muito próxima ao compósito compactado com os diamantes, mostrando que a adição de diamante teve pouca influência na compactabilidade e sinterabilidade do material.

Quadro 21. Densidade dos compósitos produzidos para o ensaio de desgaste.

| <i>Liga (%wt)</i> | $\frac{\rho_{rv}}{(g/cm^3)/(g/cm^3)}$ | $\frac{\rho_r}{(g/cm^3)/(g/cm^3)}$ |
|--|---------------------------------------|------------------------------------|
| Ni – 28 Co | 78,14 % | 90,66 % |
| Ni – 27 Co – 4 CrFe | 77,46 % | 91,98 % |
| Ni – 27 Co – 4 Cr ₃ C ₂ | 77,47 % | 91,44 % |
| Ni – 26 Co – 4 Cr ₃ C ₂ - 4 Mo | 77,89 % | 91,95 % |

Haja vista que, o modelo de previsão de resposta apontava uma densidade de 85 % relativa à teórica (Figura 36), nota-se que os ajustes realizados na seção 4.1 aumentaram significativamente a densificação

do material desenvolvido, chegando a aproximadamente 92% da densidade relativa à teórica.

4.2.1 Análises microestrutural

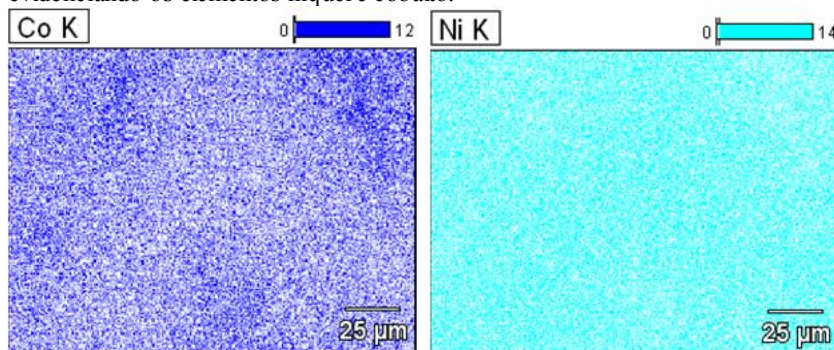
A seguir são apresentados os resultados obtidos nas análises microestruturais para o desenvolvimento do compósito diamantado. Esses resultados estão divididos em: análise microestrutural das ligas fabricadas para o ensaio de desgaste; análise microestrutural dos compósitos fabricados e análise microestrutural dos diamantes após ensaio de desgaste.

4.2.1.1 Análise microestrutural das ligas fabricadas para o ensaio de desgaste

Em geral, as ligas fabricadas para o ensaio de desgaste, apresentaram uma boa sinterização, com poros pequenos, boa homogeneidade dos elementos e boa dispersão das partículas de segunda fase.

Como mostra o mapeamento composicional da Figura 44, foi observado que os pós de níquel e cobalto apresentaram grande homogeneidade na matriz.

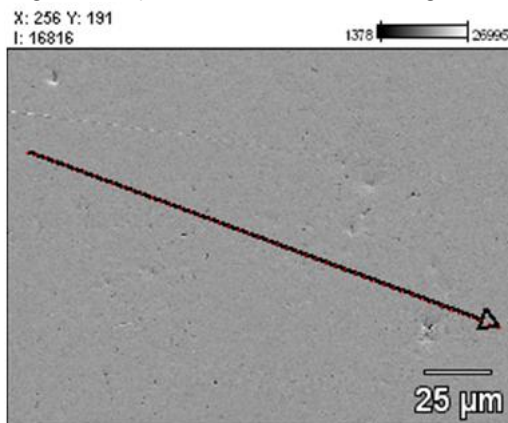
Figura 44. Mapeamento composicional da liga Ni - 28 %wt Co, evidenciando os elementos níquel e cobalto.



Com o intuito de observar as diferenças entre as composições químicas dos elementos constituintes básicos (níquel e cobalto), foi realizado um perfil de composição em linha via microscópio eletrônico. A área e a direção da região ensaiada na análise em linha estão

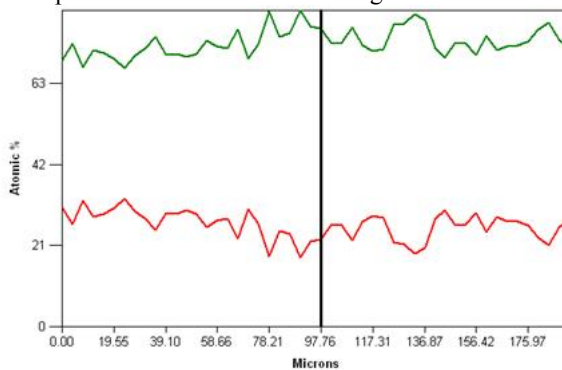
mostradas na Figura 45. As análises foram realizadas a cada 3 μm , numa distância total de 200 μm .

Figura 45. Região e direção da análise em linha da liga Ni - 28 %wt Co.



Com os resultados da análise de perfil de composição em linha, foi o gerado o gráfico da Figura 46.

Figura 46. Espectro da análise em linha da liga Ni - 28 %wt Co.

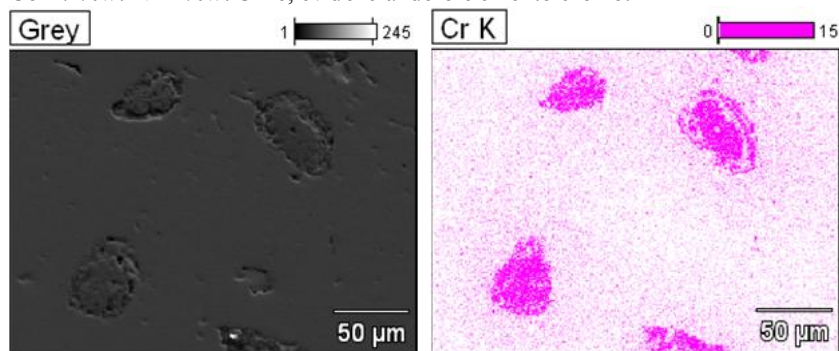


A análise de perfil de composição em linha do Espectrômetro de Energia Dispersiva (Figura 46) mostrou que a liga apresentou uma composição regular, com pequenas variações na concentração de níquel e cobalto. Isto significa que o material obteve uma boa mistura e homogeneização, com ausência de grandes gradientes químicos na parte contínua do material.

Assim como no desenvolvimento da matriz metálica, algumas

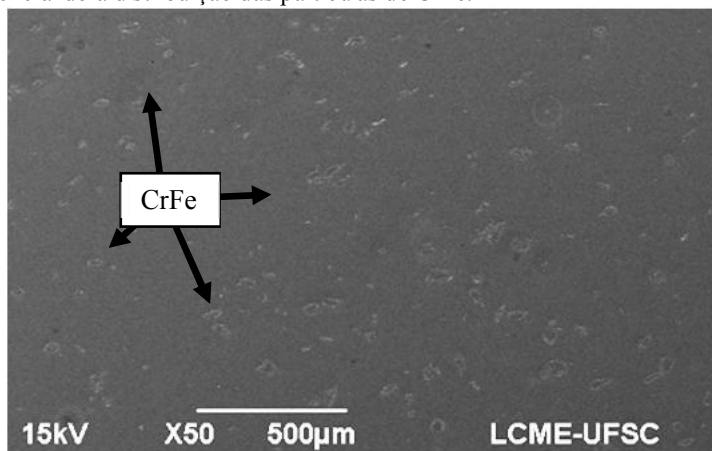
partículas de cromo-ferro apresentaram uma pequena oxidação em sua superfície. Ainda que as partículas apresentassem oxidação, o mapeamento composicional (disposto na Figura 47) mostrou que parte do cromo difundiu na matriz metálica. Sendo assim, a adição dessas partículas cumpriu o papel inicialmente proposto, ou seja, aumentou a disponibilidade de cromo na matriz.

Figura 47. Mapeamento composicional das partículas de cromo-ferro da liga Co-27 %wt Ni-4 %wt CrFe, evidenciando o elemento cromo.



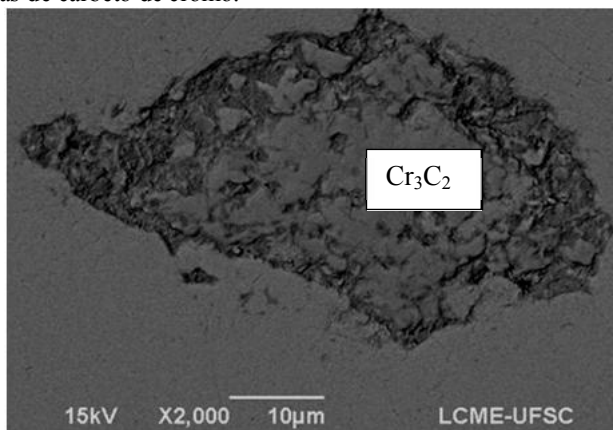
Entretanto, as partículas de cromo-ferro não solubilizadas, apresentaram visualmente uma boa distribuição na matriz de níquel, como é possível observar na micrografia da Figura 48.

Figura 48. Micrografia da liga de Ni – 27 %wt Co - 4 %wt CrFe evidenciando a distribuição das partículas de CrFe.



As partículas de carbeto de cromo obtiveram boa molhabilidade pelos elementos da matriz, como é possível observar na Figura 49.

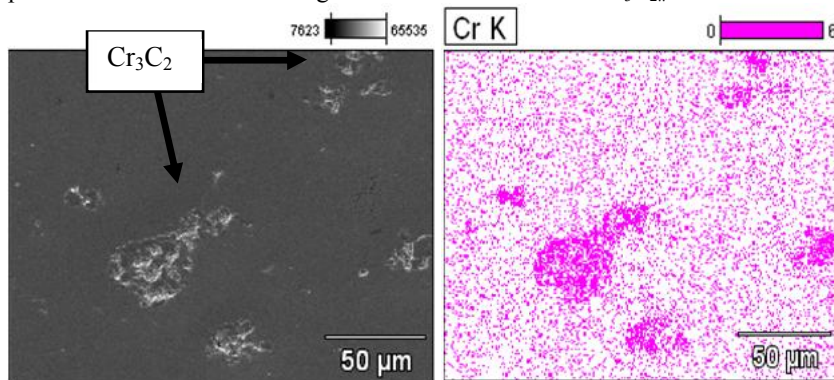
Figura 49. Micrografia da liga Ni - 27 %wt Co - 4 %wt Cr_3C_2 evidenciando a partículas de carbeto de cromo.



Esta boa molhabilidade pelos elementos da matriz foi facilitada pela presença de níquel nas partículas de carbeto de cromo.

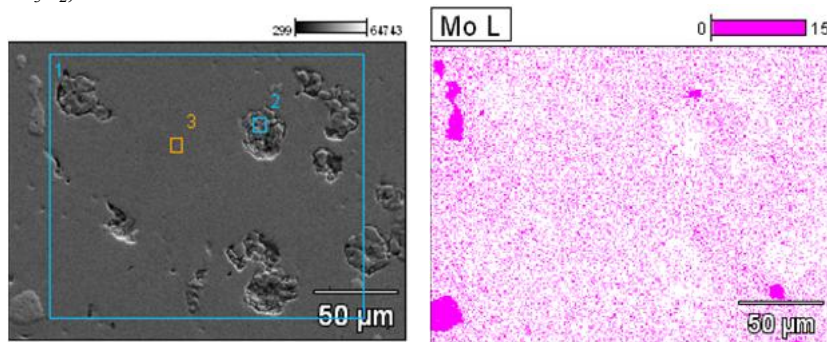
No mapeamento composicional das ligas contendo carbeto de cromo, não foram encontradas indícios de oxidação. Parte do elemento cromo difundiu na matriz e outra parte permaneceu concentrada na forma de carbeto, como é possível observar no mapeamento composicional da Figura 50.

Figura 50. Mapeamento composicional evidenciando o elemento cromo das partículas de cromo-ferro da liga Ni - 27 %wt Co - 4 %wt Cr_3C_2 .



Através do mapeamento composicional da Figura 51 é possível observar que, apesar de ser um metal refratário, o molibdênio difundiu consideravelmente na matriz à temperatura de sinterização.

Figura 51. Mapeamento composicional da liga Ni - 26 %wt Co, 4 %wt Cr_3C_2 , 4 %wt Mo evidenciando o elemento molibdênio.

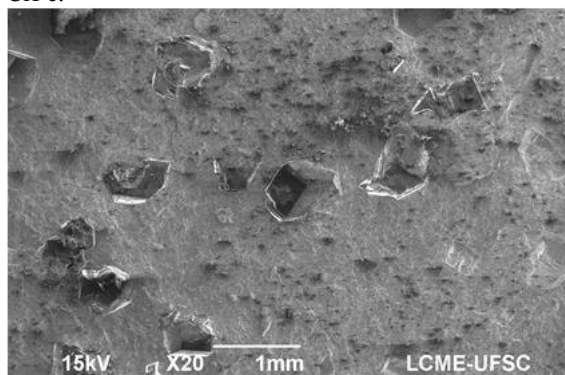


4.2.1.2 Análise microestrutural dos compósitos fabricados

Nesta seção, são apresentados os resultados obtidos na análise microestrutural do compósito produzido, mais especificamente em fractografia de uma amostra sinterizada e na micrografia dos diamantes (após ataque químico do compósito).

A Figura 52 mostra a fractografia de um compósito diamantado, permitindo identificar diamantes expostos, bem como cavidades das quais os diamantes foram extraídos no ato da fratura.

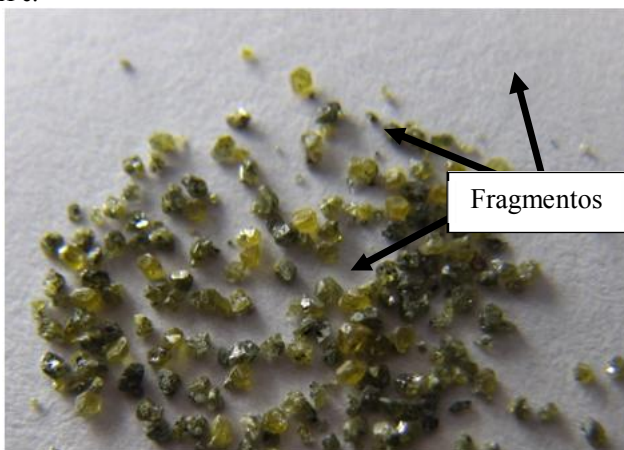
Figura 52. Fractografia evidenciando a distribuição dos diamantes. Liga Ni - 27 Co - 4 CrFe.



Além disto, esta análise permitiu observar que os diamantes permaneceram visualmente em boas condições, com arestas afiadas e sem indícios de reações do diamante com a matriz.

Na análise das condições do diamante após remoção do ligante, através de ataque químico, foi observado que os diamantes permaneceram com boas condições estruturais, como é possível observar na Figura 53.

Figura 53. Diamante sem modificações na superfície. Liga Ni - 27 %wt Co - 4 %wt CrFe.



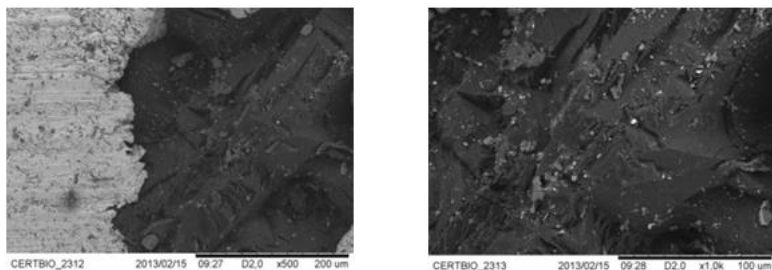
Apesar dos diamantes permanecerem com as arestas afiadas e sem sinal de degradação na superfície, o microscópio ótico permitiu observar uma leve alteração na cor dos diamantes. Foi possível também observar alguns pequenos fragmentos de diamante, provavelmente gerados durante a compactação.

4.2.1.3 Análise microestrutural dos diamantes após ensaio de desgaste.

A seguir, são apresentados os resultados e considerações das análises microestruturais dos compósitos após o ensaio de desgaste.

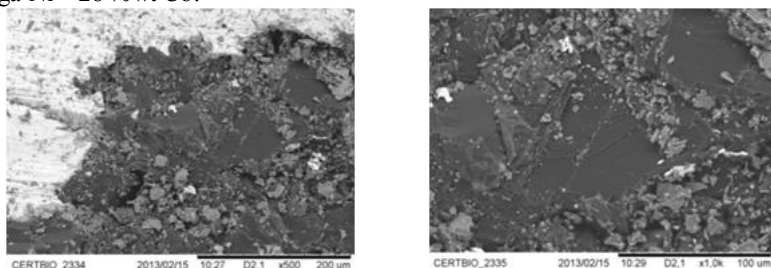
Na superfície das amostras foram encontrados diamantes ainda inteiros, com arestas afiadas e com boa capacidade de corte, como é possível observar na Figura 54.

Figura 54. Diamante não revestido após ensaio de desgaste contido na liga Ni – 26 %wt Co – 4 %wt CrFe.



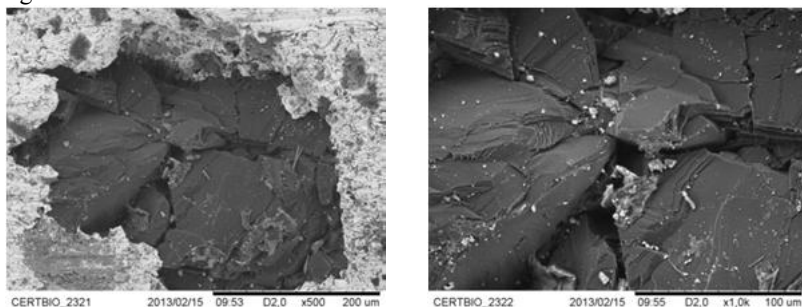
O arredondamento dos grãos causados pelo desgaste abrasivo quase não foi observado nas amostras analisadas. Alguns diamantes apresentaram aplainamento da superfície, como é possível observar na Figura 55.

Figura 55. Diamante não revestido após ensaio de desgaste contido na liga Ni – 28 %wt Co.



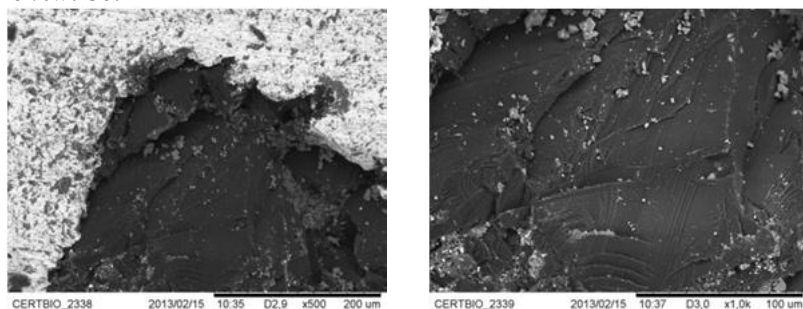
Na comparação entre diamantes com e sem revestimento, não foram encontradas diferenças visuais evidentes de reações físico-químicas entre a matriz e o diamante.

Figura 56. Diamante não revestido após ensaio de desgaste contido na liga Ni – 27 %wt Co - CrFe.



Não foram observadas cavidades na matriz das amostras que indicassem o arrancamento precoce dos grãos de diamante (Apêndice 1). Apesar disso, como mostra a Figura 56, muitos grãos apresentaram um desgaste severo, com macrofraturas e arestas aplainadas, como mostra a Figura 57. Estas macrotrincas provavelmente foram ocasionadas por excessiva pressão nos grãos de diamantes, (pela falta de rigidez do sistema) e até mesmo pela grande friabilidade do diamante.

Figura 57. Diamante revestido após ensaio de desgaste contido na liga Ni – 28 %wt Co.



Na análise do resíduo de corte gerado no ensaio de desgaste, foram encontrados pequenos fragmentos de diamante, mas não foram encontrados diamantes completos. Demonstrando novamente que a matriz proporcionou um bom ancoramento dos grãos de diamante e que o diamante tem uma grande friabilidade.

4.2.1.4 Ensaio de microdureza das ligas desenvolvidas

Os resultados do teste de microdureza, realizado nas matrizes metálicas dos compósitos utilizados no ensaio de desgaste, estão dispostos no gráfico da Figura 58.

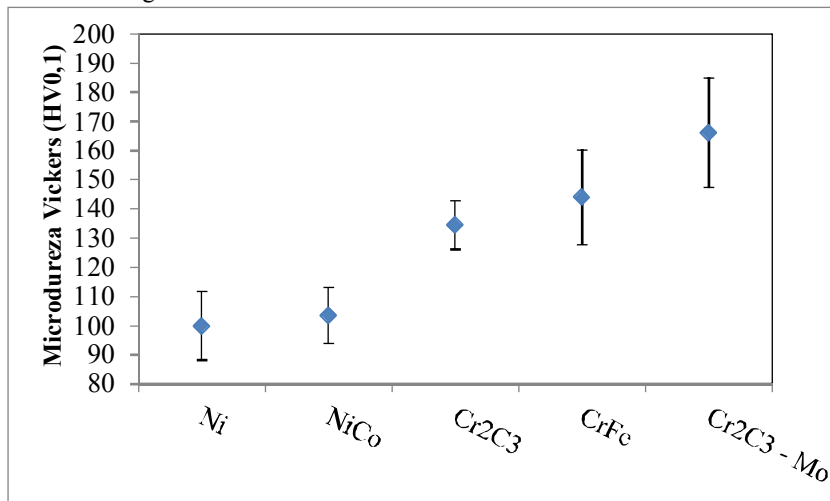
Neste ensaio, observa-se que, dentre as ligas estudadas, o elemento níquel puro apresentou, com 100 HV0.1, o menor valor de dureza. Nota-se também que, comparativamente, as adições de cobalto resultaram em pouco aumento no endurecimento do material.

As adições de cromo-ferro, carbeto de cromo e molibdênio, resultaram em considerável endurecimento ao material, chegando em alguns casos a um aumento de 70% no valor médio de dureza.

Entre os elementos adicionados neste trabalho, destaca-se a adição de cromo-ferro, que resultaram em uma microdureza média de

165 HV0.1, e do carbetto de cromo com molibdênio, também que apresentou uma microdureza média de 165 HV0.1.

Figura 58. Microdureza das matrizes metálicas dos compósitos utilizados no ensaio de desgaste.



4.2.2 Delineamento experimental para o ensaio de desgaste

Os resultados obtidos no ensaio de desgaste dos compósitos à base de níquel foram utilizados para alimentar o programa computacional JMP®, que gerou um modelo matemático ajustado com o método dos mínimos quadrados enfatizando o efeito dos parâmetros selecionados (tipo de matriz metálica e recobrimento do diamante) sobre as propriedades finais dos corpos de prova (relação entre desgaste de ferramenta pelo material removido).

4.2.2.1 Delineamento experimental estatístico gerado pela resposta do consumo de ferramenta

Após a geração do modelo matemático experimental ajustado com o método dos mínimos quadrados foi realizada a análise de variância. A análise de variância com relação prevista da resposta ferramenta consumida está disposta no Quadro 22.

Quadro 22. Análise de variância de resposta da ferramenta consumida.

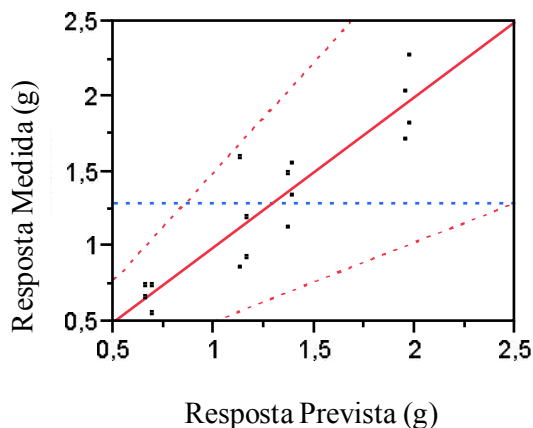
| <i>Recurso</i> | <i>GL</i> | <i>SQ</i> | <i>MQ</i> | <i>Teste F</i> |
|-----------------|-----------|-----------|-----------|------------------------------|
| Modelo | 4 | 3,43 | 0,85 | 14,52 |
| Erro | 11 | 0,64 | 0,05 | Prob> F <0,0002 |
| C. total | 15 | 4,08 | | |

Na análise de variância de resposta da ferramenta consumida, nota-se que o valor do teste estatístico ficou abaixo de 0,05, indicando que o modelo experimental tem significância na previsão dos resultados.

O modelo experimental estatístico gerado pela resposta da densidade do sinterizado relativa à teórica apresentou um alto grau de capacidade preditiva, com um coeficiente de determinação (R^2) igual a 0,97. É possível observar esta significância no gráfico de resíduos da Figura 34, onde a distribuição, da resposta da densidade relativa à teórica, apresentou uma pequena dispersão nos resultados de densidade prevista em função da densidade medida.

O modelo experimental estatístico gerado pela resposta da ferramenta consumida apresentou um grau de capacidade preditiva razoável com um coeficiente de determinação (R^2) igual a 0,84. É possível observar essa significância no gráfico de resíduos da Figura 59, apresentando uma considerável dispersão nos resultados de resposta medida pela reposta prevista.

Figura 59. Gráfico de resíduos do modelo de resposta da ferramenta consumida.



A dispersão dos resultados é devida principalmente pelas características do ensaio de desgaste adotado, por isso, a fim de diminuir a dispersão dos resultados, é necessário empregar medidas que aumentem a reprodutibilidade do ensaio de desgaste. Para isso, sugere-se melhorar o acoplamento do corpo de prova e do contra corpo de prova, desenvolver um sistema de medição das cargas durante o ensaio e aumentar o número de amostragem para melhorar a precisão de previsão do modelo.

Os resultados obtidos na verificação da influência das variáveis utilizadas sobre a resposta da ferramenta consumida estão dispostos nos Quadros 23 e 24.

Quadro 23. Estimativa dos parâmetros de resposta da ferramenta consumida.




| <i>Termo</i> | <i>Estimado</i> | <i>Erro Padrão</i> | <i>Prob>t</i> |
|------------------|-----------------|--------------------|------------------|
| (NiCo-0,88)/0,12 | 1,96 | 0,12 | <0,0001 |
| Cr_3C_2 /0,12 | -0,48 | 0,43 | 0,2926 |
| CrFe/0,12 | -1,89 | 0,43 | 0,0012 |
| Mo/0,12 | 2,65 | 0,52 | 0,0004 |
| Diamante[NR] | -0,01 | 0,06 | 0,8566 |

No Quadro 23 observa-se que os termos Cr_3C_2 e Diamante não são representativos, pois obtiveram um valor baixo nos testes estatístico.

Já no Quadro 24 é possível observar a estimativa dos parâmetros de resposta da ferramenta consumida, observa-se que os termos NiCo, Mo e CrFe possuem a maior influência nos resultados. Nota-se também que a liga base NiCo tem uma influência 3 vezes maior do que os outros termos.

Isto significa que, comparativamente, a liga de cobalto-níquel desgasta-se muito mais do que as outras ligas e que a adição de molibdênio também aumenta o desgaste da ferramenta. Vale salientar que a adição de cromo-ferro diminuiu o desgaste da ferramenta.

Quadro 24. Influência das variáveis significantes nos parâmetros de respostada ferramenta consumida.

| Termo | Influência (teste t) | |
|------------------|-----------------------------|---|
| (NiCo-0,88)/0,12 | 16,14 |  |
| Mo/0,12 | 5,01 |  |
| CrFe/0,12 | -4,33 |  |

4.2.2.2 Delineamento experimental estatístico gerado pela resposta da remoção de material

Após a geração do modelo matemático experimental ajustado com o método dos mínimos quadrados foi realizado a análise de variância. A análise de variância com relação à resposta do material removido está disposta no Quadro 25.

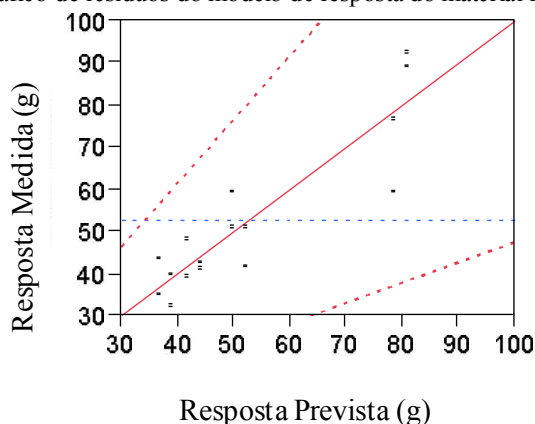
Quadro 25. Análise de variância de resposta do material removido.

| <i>Recurso</i> | <i>GL</i> | <i>SQ</i> | <i>MQ</i> | <i>Teste F</i> |
|-----------------|-----------|-----------|-----------|---------------------------------|
| Modelo | 4 | 4195,71 | 1048,93 | 12,29 |
| Erro | 11 | 938,16 | 85,29 | Prob> F 0,0005 |
| C. total | 15 | 5133,88 | | |

Na análise de variância de resposta do material removido, nota-se que o valor do teste estatístico ficou abaixo de 0,05, indicando que o modelo experimental tem significância na previsão dos resultados.

O modelo experimental estatístico gerado pela resposta da remoção de material consumida apresentou um grau de capacidade preditiva razoável com um coeficiente de determinação (R^2) igual a 0,82. É possível observar essa significância no gráfico de resíduos da Figura 60, apresentando uma considerável dispersão nos resultados de resposta medida pela resposta prevista.

Figura 60. Gráfico de resíduos do modelo de resposta do material removido.



A dispersão dos resultados observada no gráfico de resíduos do modelo de resposta do material removido é devida principalmente pelas características do ensaio de desgaste adotado, por isso, a fim de diminuir a dispersão dos resultados, é necessário empregar medidas que aumentem a reprodutibilidade do ensaio de desgaste. Para isso, sugere-se melhorar o acoplamento do corpo de prova e do contra corpo de prova, desenvolver um sistema de medição das cargas durante o ensaio e aumentar o número de amostragem para melhorar a precisão de previsão do modelo.

Os resultados obtidos na verificação da influência das variáveis utilizadas sobre a resposta do material removido estão dispostos nos Quadro 26 e 27.




Quadro 26. Estimativa dos parâmetros de resposta do material removido.

| <i>Termo</i> | <i>Estimado</i> | <i>Erro Padrão</i> | <i>Prob>t</i> |
|--------------------------------------|------------------------|---------------------------|-------------------------|
| (NiCo-0,88)/0,12 | 79,51 | 4,61 | <,0001* |
| Cr ₃ C ₂ /0,12 | -45,86 | 16,64 | 0,0187* |
| CrFe/0,12 | -6,79 | 16,64 | 0,6911 |
| Mo/0,12 | 94,99 | 20,12 | 0,0006* |
| Diamante[NR] | -1,156 | 2,30 | 0,6262 |

No Quadro 26, observa-se que os termos *CrFe* e *Diamante* não são representativos, pois obtiveram um valor baixo nos testes estatísticos.

Já no Quadro 27 é possível observar a estimativa dos parâmetros de resposta do material removido, observa-se que os termos *NiCo*, *Mo* e *Cr₃C₂* possuem a maior influência nos resultados. Nota-se também que a liga base *NiCo* tem uma influência 3 vezes maior do que o termo *Mo*.

Quadro 27. Influência das variáveis significantes nos parâmetros de respastado material removido.

| Termo | Influência (teste t) | |
|--|----------------------|---|
| (<i>NiCo</i> -0,88)/0,12 | 17,22 |  |
| <i>Mo</i> /0,12 | 4,72 |  |
| <i>Cr₃C₂</i> /0,12 | -2,76 |  |

Com esta análise, foi possível observar que a liga de cobalto-níquel remove muito mais material do que as outras ligas e que a adição de molibdênio também aumenta a remoção de material. A adição de carbetos de cromo diminui a remoção de material e tem uma influência em torno de 6 vezes menos do que a liga *NiCo*.

4.2.2.3 Delineamento experimental estatístico gerado pela resposta do desempenho da ferramenta

Após a geração do modelo matemático experimental ajustado com o método dos mínimos quadrados foi realizada a análise de variância. A análise de variância com relação à resposta medida pela resposta prevista do desempenho da ferramenta está disposta no Quadro 28.

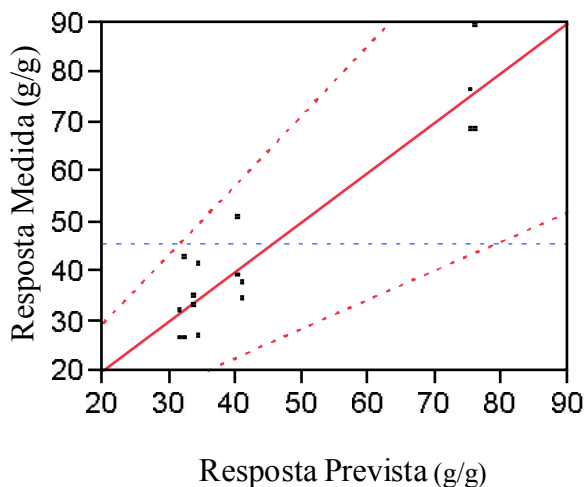
Quadro 28. Análise de variância de resposta do desempenho da ferramenta.

| <i>Recurso</i> | <i>GL</i> | <i>SQ</i> | <i>MQ</i> | <i>Teste F</i> |
|-----------------|-----------|-----------|-----------|------------------------------|
| Modelo | 4 | 5011,59 | 1252,90 | 19,00 |
| Erro | 11 | 725,34 | 65,94 | Prob> F <0,0001 |
| C. total | 15 | 5736,94 | | |

Na análise de variância de resposta do desempenho da ferramenta, nota-se que o valor do teste estatístico ficou abaixo de 0,05, indicando que o modelo experimental tem significância na previsão dos resultados.

O modelo experimental estatístico da resposta de desempenho da ferramenta, calculado pela razão da massa de material gasto pela massa de ferramenta consumida, apresentou grau de capacidade preditiva razoável com um coeficiente de determinação (R^2) igual a 0,87. É possível observar essa significância no gráfico de resíduos da Figura 61, apresentando uma considerável dispersão nos resultados de resposta medida pela resposta prevista.

Figura 61. Gráfico de resíduos do modelo de resposta do desempenho da ferramenta.



A dispersão dos resultados observada no gráfico de resíduos do modelo de desempenho da ferramenta é devida principalmente pelas características do ensaio de desgaste adotado, por isso, a fim de diminuir a dispersão dos resultados, é necessário empregar medidas que aumentem a reprodutibilidade do ensaio de desgaste. Para isso, sugere-se melhorar o acoplamento do corpo de prova e do contra corpo de prova, desenvolver um sistema de medição das cargas durante o ensaio e aumentar o número de amostragem para melhorar a precisão de previsão do modelo.

Os resultados obtidos na verificação da influência das variáveis utilizadas sobre a resposta do desempenho da ferramenta estão dispostos nos Quadros 29 e 30.



Quadro 29. Estimativa dos parâmetros de resposta do desempenho da ferramenta.

| Termo | Estimado | Erro Padrão | Prob>t |
|--------------------------------------|-----------------|--------------------|------------------|
| (NiCo-0,88)/0,12 | 40,62 | 4,06 | <0,0001 |
| Cr ₃ C ₂ /0,12 | 21,03 | 14,64 | 0,1764 |
| CrFe/0,12 | 145,93 | 14,64 | <0,0001 |
| Mo/0,12 | 34,06 | 17,69 | 0,0805 |
| diamante[-1] | 0,39 | 2,03 | 0,8504 |

No Quadro 29, observa-se que os termos Cr₃C₂, diamante e Mo não são representativos, pois obtiveram um valor baixo nos testes estatísticos.

Já no Quadro 30, é possível observar a estimativa dos parâmetros de resposta do desempenho da ferramenta, observando-se que o termo NiCo tem influência semelhante ao termo CrFe.

Quadro 30. Influência das variáveis significantes nos parâmetros de resposta do desempenho da ferramenta.

| Termo | Influência (teste t) | |
|------------------|-----------------------------|---|
| (NiCo-0,88)/0,12 | 10,01 |  |
| CrFe/0,12 | 9,97 |  |

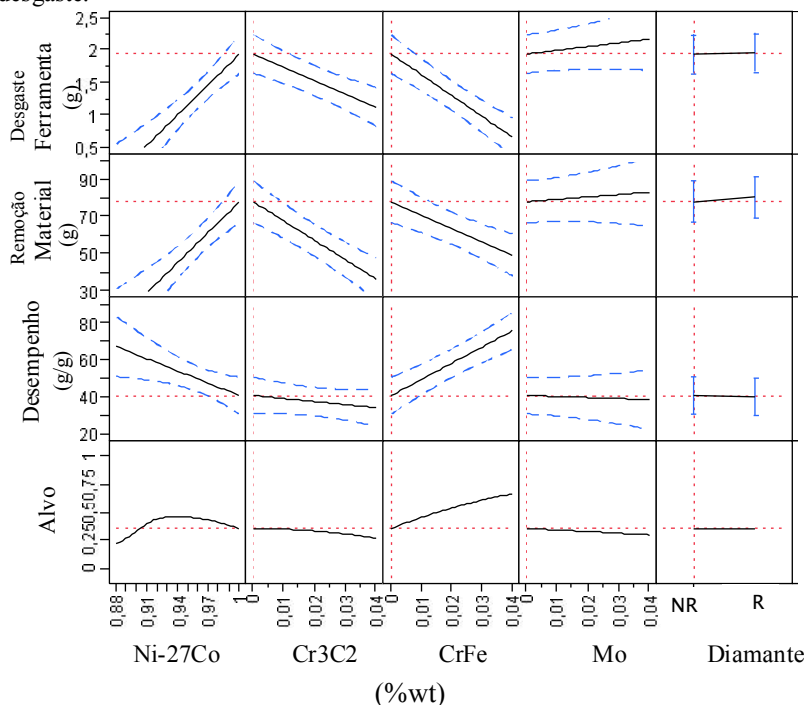
Isto significa que a adição de CrFe na matriz de níquel tem um grande aumento no desempenho da ferramenta.

4.2.2.4 Gráfico de previsão de resposta para o ensaio de desgaste

Com o programa estatístico computacional, foi construído um gráfico interativo de previsão de resposta (Figura 36), onde é possível observar a superfície de resposta e permite analisar as proporções de

mistura dos elementos constituintes do compósito diamantado. O gráfico da Figura 62 é um corte da superfície de resposta dos modelos estatísticos experimentais da remoção de material, desgaste de ferramenta e desempenho da ferramenta diamantada, ou melhor, os gráficos a seguir correspondem à projeção em duas dimensões da superfície de resposta.

Figura 62. Gráfico interativo de previsão de resposta para o ensaio de desgaste.



A matriz de Ni – 27 %wt Co apresentou uma alta taxa de remoção de material ocasionada pela baixa abrasividade da matriz ligante, que por consequência disso, também apresentou uma alta taxa de desgaste da ferramenta e baixo desempenho da ferramenta.

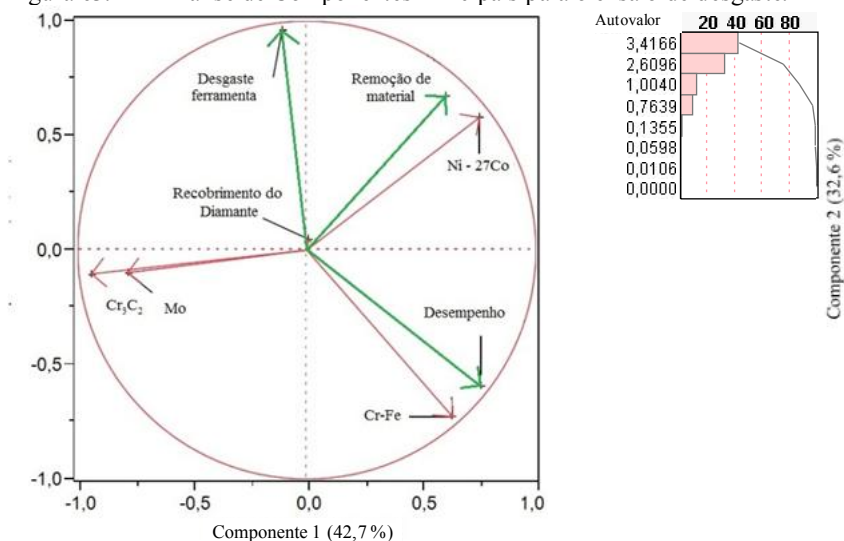
A adição de CrFe diminuiu a taxa de remoção de material, mas também diminuiu muito o desgaste da ferramenta. Por isso, como é possível observar na Figura 62, a liga contendo CrFe apresentou o melhor desempenho dentre os compósitos ensaiados.

Não foi possível detectar estatisticamente as influências causadas pelo recobrimento do diamante e pela adição de molibdênio.

4.2.2.5 Análise de Componentes Principais para o ensaio de desgaste

Através do método estatístico multivariável, denominado de componentes principais, os dados obtidos no ensaio de desgaste são rebatidos na forma de vetores, permitindo assim observar a interação das variáveis nas respostas físicas do ensaio. Com a análise de componentes principais para o ensaio de desgaste foi construído o gráfico da Figura 63. Nesse gráfico, para melhor visualização, as variáveis estão representadas pelos vetores vermelhos e as respostas estão representadas pelos vetores verdes.

Figura 63. Análise de Componentes Principais para o ensaio de desgaste.



No diagrama de Pareto contendo os autovalores das componentes principais (Figura 63), nota-se que as duas primeiras componentes principais representam aproximadamente 75 % da variabilidade total da população. Sendo assim, o gráfico da Análise de Componentes Principais, para o ensaio de desgaste, possui uma boa representabilidade.

É possível observar que a liga base Ni - 27 %wt Co obteve uma ótima remoção de material, entretanto, o desgaste da ferramenta também foi fortemente influenciado. Por isso, o desempenho da liga base obteve um fraco desempenho de corte. Isto se deve ao fato de que a baixa resistência ao desgaste favoreceu o afloramento dos diamantes, que por consequência aumentou a remoção do porcelanato.

Nota-se também que a adição de Cr_3C_2 e Mo prejudica a remoção de material, não tendo influência significativa no desgaste da ferramenta, e que por consequência prejudica moderadamente o desempenho da ferramenta. Já a adição de CrFe não teve influência significativa na remoção de material, entretanto, teve uma grande influência negativa no desgaste da ferramenta, implicando positivamente no desempenho da ferramenta.

5 CONCLUSÕES

No delineamento experimental estatístico para seleção da matriz, os modelos de previsão da densidade do sinterizado alcançaram uma boa previsão dos resultados e a aproximação utilizando os mínimos quadrados mostrou ser adequada ao processo.

Verificou-se que a adição de até 4 %wt de cromo-ferro não prejudicou a densificação do material. Sendo assim, a liga selecionada que atingiu os melhores resultados foi a liga com 69 %wt de níquel, 27 %wt de cobalto e 4 %wt de cromo-ferro. A partir deste estudo observou-se que a pressão de compactação de 300 MPa e a temperatura de sinterização de 1050 °C foram insuficientes para a densificação das amostras, chegando na compactação do sinterizado a uma média 77 % da densidade teórica. Já o modelo estatístico gerado indicou que, com os parâmetros atuais de processamento, a densidade máxima alcançada seria de 85%, ficando assim abaixo do esperado.

Ainda no modelo matemático para a escolha da matriz, o modelo de previsão do limite de escoamento apresentou um razoável com um coeficiente de determinação de 0,86. Para diminuir esta variabilidade e melhorar a previsão de resposta, é necessário aumentar o número de amostras (para diminuir a incerteza) ou até mesmo aperfeiçoar a caracterização do limite de escoamento. Entretanto, isto não invalida o modelo, sendo ainda uma aproximação de tendência de resposta aos parâmetros utilizados.

No estudo de compactabilidade da liga à base de níquel, foi observado que as maiores densificações ocorreram através da lubrificação com 1,2 % de estearato de zinco e pressão de compactação de 700 MPa.

Após o ajuste dos parâmetros, a pressão de compactação de 700 MPa e a temperatura de 1100 °C por sessenta minutos proporcionou uma boa sinterização da liga desenvolvida, onde o composto produzido com uma densidade média de aproximadamente 91 % da teórica, mostrou boa dispersão dos elementos.

Não foram encontrados indícios de degradação térmica do diamante nas temperaturas utilizadas, sendo que os grãos de diamantes permaneceram com as arestas afiadas e faces lisas. Isto significa que a atmosfera de argônio com 5 % de hidrogênio foi eficaz na proteção contra oxidação e contra a decomposição do diamante em grafite.

No estudo experimental estatístico comparativo sobre o efeito tribológico causado pela adição de cromo no composto à base de níquel, a liga que mais removeu material, e por consequência, a que

mais aflorou diamantes e consumiu a ferramenta, foi a liga de Ni - 28 %wt Co, provavelmente ocasionada pela baixa abrasividade e dureza do material.

A adição de cromo, na forma de CrFe e na forma de Cr_3C_2 , diminuiu consideravelmente o desgaste da ferramenta, porém o melhor desempenho na remoção de material (resultado entre a razão de ferramenta consumida pelo material removido) foi alcançado com a adição de 4 % em peso de cromo-ferro à liga metálica inicialmente desenvolvida.

Devido à dispersão dos resultados no ensaio de desgaste, não foi possível tirar conclusões sobre o efeito do o recobrimento dos diamantes com cromo.

A ausência de arrancamento prematuro dos grãos, assim como a constante presença das microtrincas (formação de novas arestas), indicou que as propriedades de ancoramento da matriz foram satisfatórias. O baixo desgaste abrasivo das quinas dos grãos de diamantes e a presença de macrotrincas são indícios de que o ensaio de desgaste foi muito severo com as amostras.

Ao final deste trabalho, com os resultados obtidos, conclui-se que é possível utilizar ligas à base de níquel na fabricação de ferramentas diamantadas, sendo necessários ainda alguns ajustes finais para adequar as propriedades da ferramenta aos parâmetros de usinagem para cada material a ser cortado.

5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para dar continuidade a este trabalho, sugere-se os seguintes itens para pesquisa:

- Melhorar a sinterabilidade do material através do emprego de pós metálicos mais finos e com os elementos pré-ligados;
- Estudar a densificação do material produzido neste trabalho com a técnica de compactação a quente;
- Utilização de outras partículas de segunda fase na matriz do compósito, tais como SiC e WC, para regular o desgaste da ferramenta;
- Estudo mais detalhado da interface do diamante com a matriz de níquel;
- Estudo de velocidade e da carga aplicada durante o ensaio de desgaste.

- Estudo tribológico da liga à base de níquel com diamantes de diferentes procedências;
- Fabricação dos anéis diamantados e montagem do fio diamantado, com a liga à base de níquel, para o estudo tribológico em campo;
- Estudo de corrosão da liga à base de níquel para avaliar a utilização dessas ferramentas em aplicações que requerem resistência à corrosão.

6 REFERÊNCIAS

ABIROCHAS. Estimativa da serragem de chapas de rochas ornamentais no Brasil 2009 a 2011. Informe 05/2012. Disponível em: <http://www.ivolution.com.br/news/upload_pdf/10916/Informe_05_2012.pdf>. Acesso em: 20 set. 2012.

ABIROCHAS. Balanço das Exportações e Importações Brasileiras de Rochas Ornamentais e de Revestimento em 2012. Informe 01/2013. Disponível em: <http://www.ivolution.com.br/news/upload_pdf/11476/Informe_01_2013.pdf>. Acesso em: 8 abr. 2013a.

ABIROCHAS. Rochas Carbonáticas - Mármore e Calcários. Disponível em: <http://www.abirochas.com.br/rochas_ornamentais_02_2.php>. Acesso em: 8 abr. 2013b.

ABIROCHAS. Rochas Silicáticas - Granitos. Disponível em: <http://www.abirochas.com.br/rochas_ornamentais_02_1.php>. Acesso em: 4 abr. 2013c.

ALLEN, T. T. Introduction to Engineering Statistics And Six Sigma : Statistical Quality Control And Design of experiment and Systems. Columbus.: 2006.

AL-QURESHI, H. A. *et al.* Analyses of the fundamental parameters of cold die compaction of powder metallurgy. Journal of materials processing technology, p. 417-424, 2008.

ASM INTERNATIONAL. ASM Metals Handbook: Powder Metal Technologies and Applications. v. 7, 1998.

ASM INTERNATIONAL. ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and Their Alloys. 2000.

ASTM. B 925-08 - Standard Practices for Production and Preparation of Powder Metallurgy (PM) Test Specimens, 2008.

ASTM. B 311-08 - Standard Test Method for Density of Powder Metallurgy (PM) Materials Containing Less Than Two Percent Porosity, 2008.

ASTM. B 331-10 - Standard Test Method for Compressibility of Metal Powders in Uniaxial Compaction ASM, 2010.

ASTM. B 610-08 - Standard Test Method for Measuring Dimensional Changes Associated with Processing Metal Powders, 2008.

ASTM. B 933-09 - Standard Test Method for Microindentation Hardness of Powder Metallurgy (PM) Materials, 2009.

ASTM. E 9-09 - Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature, 2009.

BAILEY, M. W.; HEDGES, L. K. Crystal morphology identification of diamond and ABN. *Industrial Diamond Review*, v. 55, p. 11-14, 1995.

BARBOSA, A. P. *et al.* Análise da sinterização de ligas de ferro-cobre com adição de cobalto. Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais – UENEF. Campos dos Goytacazes, Brasil, 2008.

BASU, B.; KALIN, M. *Tribology of Ceramics and Composites: A Materials Science Perspective*. JOHN WILEY & SONS, INC., 2011.

CABRAL, S. C. *et al.* Densidade e propriedades mecânicas de ferro processado por prensagem a quente para uso em ferramentas diamantadas. Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais – UENEF. Campos dos Goytacazes, Brasil, 2008.

CERTI. Estudo de Viabilidade Técnica e Econômica do processamento da Pedra Ornamental com Anel Diamantado Florianópolis, 2009.

CLARK, I. E.; SEN, P. K. Advances in the development of ultrahard cutting tool materials. *Industrial Diamond Review*, p. 40-44, 1998.

COLLINS, A. T.; KANDA, H.; KITAWAKI, H. Colour changes produced in natural brown diamonds by high-pressure, high-temperature treatment. *Diamond and Related Materials*, v. 9, n. 2, p. 113-122, 2000.

DIAMANT BOART. Catálogo de ferramentas diamantadas para a indústria da pedra, 2008. Disponível em: < http://www.diamant-boart.com/files/DiamantBoart/CS/old/DBGen_Cata_PO.pdf>. Acesso em: 10 jan. 2013.

EGAN, D. The use of coated diamonds in diamond. *Industrial Diamond Review*, p. 2-4, 1990.

EUROTUNGSTENE METAL POWDERS. Catálogo Cobalt range. Powders for diamond tools, 2011b. Disponível em: < <http://www.>

eurotungstene.com/IMG/pdf/brochurecobalt-gb-v7-web.pdf>. Acesso em: 8 abr. 2012a.

EUROTUNGSTENE METAL POWDERS. Catálogo Next range. Powders for diamond tools, 2011a. Disponível em: <<http://www.eurotungstene.com/IMG/pdf/brochurenext-gb-v6-web.pdf>>. Acesso em: 10 abr. 2012b.

FILHO, C. C. SITUAÇÃO E PERSPECTIVAS BRASILEIRAS NO SETOR DE ROCHAS ORNAMENTAIS E DE REVESTIMENTO. Simposio brasileiro de ochas ornamentais, v. I, 2001.

GREENE, K. *et al.* Metal coatings on synthetic diamond and. Industrial Diamond Review, v. 1, p. 57-65, 2006.

GUAN, Z. F. *et al.* Ni-diamond interactions. Materials Chemistry and Physics, v. 46, n. 2-3, p. 230-232, nov. 1996.

GUMMER, J.; HAWKSWORTH, S. Spontaneous ignition of hydrogen Spontaneous ignition of hydrogen Literature ReviewBuxton, 2008.

HUNG, C. C.; LIN, C. C.; SHIH, H. C. Tribological studies of electroless nickel/diamond composite coatings on steels. Diamond and Related Materials, v. 17, n. 4-5, p. 853-859, abr. 2008.

HUTCHINGS, I. M. Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials. Butterworth Heinemann, 1992.

IYENGAR, S.; CORBIN, N.; HARTLINE, S. The influence of diamond type on grinding alumina and glass. Industrial Diamond Review, v. 2, p. 56-60, 2007.

JOLLIFFE, I. T. Principal Component Analysis. 2nd ed. Springer , 2002.

KLEIN, A. N. Disciplina EMC1010000/UFSC: Metalurgia do Pó e Materiais Sinterizados. - Cap. 5. Slides de aula (PGMAT), 2009.

KONSTANTY, J. Powder Metallurgy Diamond Tools. Krakow: ed. Elsevier, 2005.

LI, Y. *et al.* New type of matrix material for the manufacture of electroplated diamond tools. Industrial Diamond Review, v. 4, p. 259-261, 2002.

MACHADO, D. S. Desenvolvimento de um compósito diamantado por metalurgia do pó. Trabalho de conclusão de curso em Engenharia de Materiais. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2009.

MOLLADAVOUDI, A. *et al.* The production of nanocrystalline cobalt titanide intermetallic compound via mechanical alloying. *Intermetallics*, v. 29, p. 104-109, out. 2012.

MONTGOMERY, D. C.; RUNGER, G. C. *Applied Statistics and probability for engineers*. 5. ed. John Wiley & Sons, Inc., 2011.

OLIVEIRA, L. J. DE; BOBROVNITCHII, G. S.; FILGUEIRA, M. Processing and characterization of impregnated diamond cutting tools using a ferrous metal matrix. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 25, n. 4, p. 328-335, jul. 2007.

OLIVEIRA, L. J. DE; CABRAL, S. C.; FILGUEIRA, M. Study hot pressed Fe-diamond composites graphitization. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 35, p. 228-234, nov. 2012.

OLIVEIRA, L. J. DE; FILGUEIRA, M. Aplicação de ligas Fe-Cu-SiC como matriz ligante em ferramentas. *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*. p. 15-20, 2007.

OLIVEIRA, L. J.; FILGUEIRA, M. Pérolas diamantadas obtidas por metalurgia do pó : Nacionalização da tecnologia. *Revista Matéria*, p. 23-32, 2008.

PUSHPAVANAM, M.; MANIKANDAN, H.; RAMANATHAN, K. Preparation and characterization of nickel-cobalt-diamond electro-composites by sediment co-deposition. *Surface and Coatings Technology*, v. 201, n. 14, p. 6372-6379, abr. 2007.

REGADAS, I. C. M. DA C. Aspectos Relacionados às Lavras de Granitos Ornamentais com Fio Diamantado no Norte do Estado do Espírito Santo. Dissertação de conclusão de curso de Mestre em Geotecnia. Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo. São Paulo, 2006.

RISSO, L.; VICENZI, B.; BERNIERI, S. Improved cutting performance of diamond beads by means of. *Industrial Diamond Review*, v. 4, p. 28-30, 2007.

ROMANSKI, A.; KONSTANTY, J. A novel look at the metal matrix used in diamond impregnated tools for cutting stones. Faculty of Metal Engineering and Industrial Computer Science. Krakow, Poland, 2013.

SAMPAIO, J. A.; ALMEIDA, S. L. M. DE. C APÍTULO 16 Calcário e Dolomito. Rochas de Minerais Industriais, p. 363-391, 2008.

SAS INSTITUTE INC. Design of Experiments Guide, 2010. Disponível em: <http://support.sas.com/documentation/onlinedoc/jmp/10.0.1/DOE_Guide.pdf>. Acesso em: 20 abr. 2012.

SHRESTHA, N. K.; TAKEBE, T.; SAJI, T. Effect of particle size on the co-deposition of diamond with nickel in presence of a redox-active surfactant and mechanical property of the coatings. Diamond and Related Materials, v. 15, n. 10, p. 1570-1575, out. 2006.

SMITH, W. F. Structure and properties of engineering alloys. Second edition, ed. McGraw-Hill. 1993.

SPÍNDOLA, V.; GUERREIRO, L. F.; BAZAN, R. A Indústria de rochas Ornamentais - Estudo de mercado, 2004. Disponível em: <http://www.desenharia.ba.gov.br/uploads/0906201110105625Rochas_ornamentais.pdf>. Acesso em: 25 abr. 2010.

SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. Progress in Materials Science, v. 46, n. 1-2, p. 1-184, jan. 2001.

TÖNSHOFF, H. K.; FRIEMUTH, T.; HILLMANN-APMANN, H. Diamond wire sawing of steel components. Industrial Diamond Review, v. 3, p. 203-208, 2001.

TONSHOFF, H. K.; HILLMANN-APMANN, H. Diamond tools for wire sawing metal components. Diamond and Related Materials, v. 11, p. 742-748, 2002.

TORRES, A. O.; OJEDA, R. G. Characterization of diamond particles in stone-cutting tools applications. Escuela de Ingeniería, Universidad Panamericana, D.F., México. 2004.

UMICORE. Catálogo Cobalt bond powers for Diamond Tools. Disponível em: <http://www.toolmaterials.umicore.com/technicalData/cobaltDiamondTools/show_dtCoTDS.pdf>. Acesso em: 10 jan. 2013a.

UMICORE. Catálogo Cobalite Pre-alloyed bond powders for Diamond Tools. 2013b. Disponível em: <<http://www.toolmaterials.umicore.com>>

/technicalData/cobaliteDiamondTools/show_dtTDS.pdf >. Acesso em: 10 jan. 2013b.

UPADHYAYA, G. S. Powder Metallurgy Thecnology. Kanpur. India: ed. ed. Cambridge international science publishing. 2002.

WEBER, G. Automation in wire saw manufacture – a complete package for the toolmaker. Industrial Diamond Review, v. 3, p. 3-5, 2005.

WEBER, G. Injection method for rubberising diamond wires. Industrial Diamond Review, v. 2, p. 39-40, 2006.

YELISSEYEV, A. *et al.* Spectroscopic study of HPHT synthetic diamonds, as grown at 1500°C. Diamond and Related Materials, v. 11, n. 100, p. 22-37, 2002.

ŻAK-SZWED, M.; KONSTANTY, J.; RATUSZEK, W. Properties of Fe-Cu matrices for diamond impregnated tools. Cobalt News, n. January, p. 3-6, jan. 2009.

ZEPPENFELD, C.; KLOCKE, F.; GRÖNING, H. Micro-analysis of material adhesion on diamond grinding grits. Industrial Diamond Review, v. 4, p. 56-63, 2004.

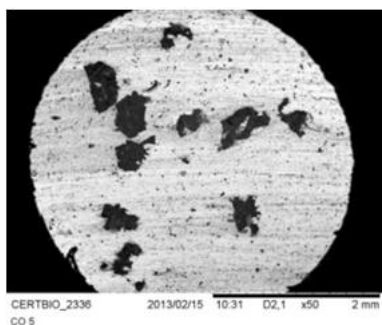
Apêndice

6.1 APÊNDICE 1 – ENSAIO MICROESTRUTURAL DOS COMPÓSITOS APÓS ENSAIO DE DESGASTE

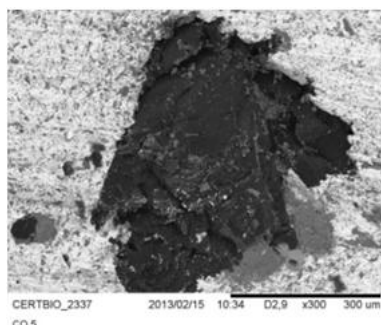
A seguir, são observadas as análises microestruturais via microscópio eletrônico de varredura após ensaio de desgaste. Essas imagens foram obtidas no Laboratório de Avaliação e Desenvolvimento de Biomateriais. Os compostos analisados não sofreram recobrimento ou tratamento superficial prévio.

As micrografias estão agrupadas conforme o material e o revestimento do diamante.

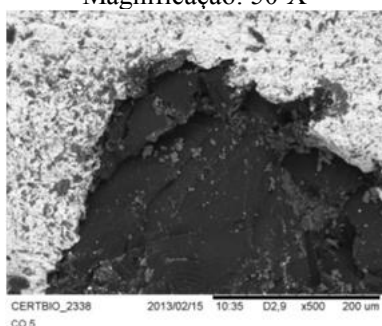
A. Liga Ni - 28 %wt Co – Diamante revestido



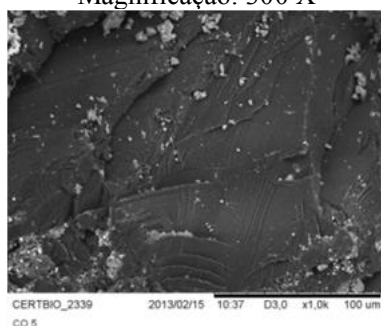
Magnificação: 50 X



Magnificação: 300 X

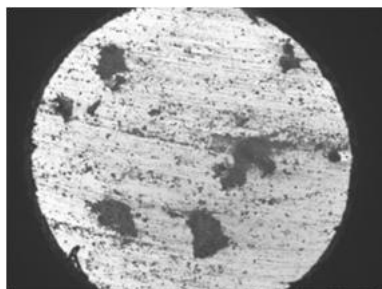


Magnificação: 500 X



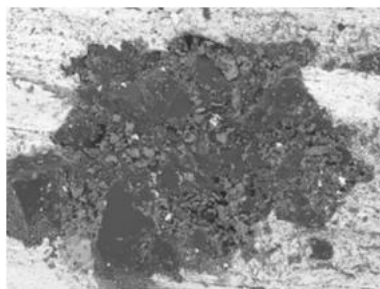
Magnificação: 1000 X

B. Liga Ni - 28 %wt Co – Diamante não revestido



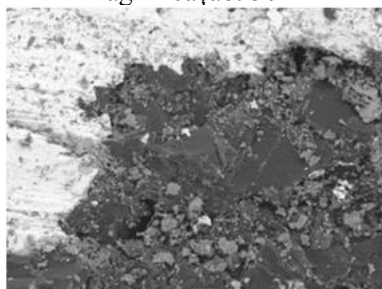
CERTBIO_2332 2013/02/15 10:22 D2,1 x50 2 mm
CO 4

Magnificação: 50 X



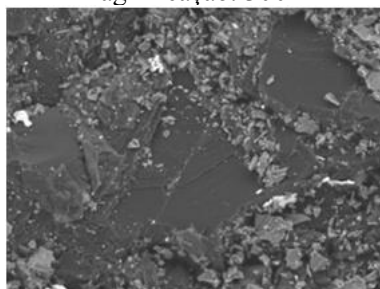
CERTBIO_2333 2013/02/15 10:24 D2,1 x300 300 um
CO 4

Magnificação: 300 X



CERTBIO_2334 2013/02/15 10:27 D2,1 x500 200 um
CO 4

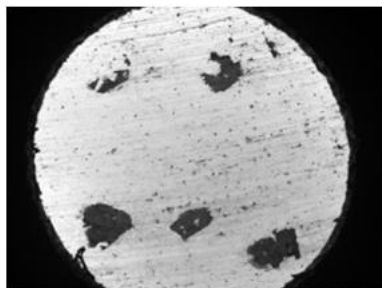
Magnificação: 500 X



CERTBIO_2335 2013/02/15 10:29 D2,1 x1,0k 100 um
CO 4

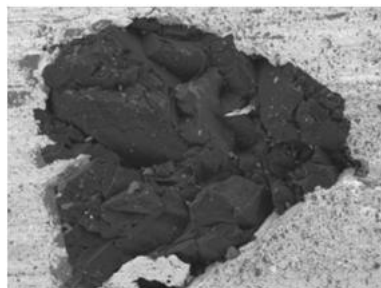
Magnificação: 1000 X

C. Liga Ni - 26 %wt Co – 4 %wt Cr3C2 -4 %wt Mo – Diamante revestido



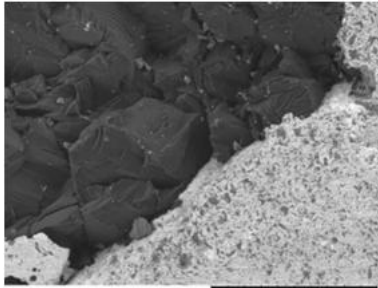
CERTBIO_2324 2013/02/15 09:58 D1,9 x50 2 mm
MO 26

Magnificação: 50 X

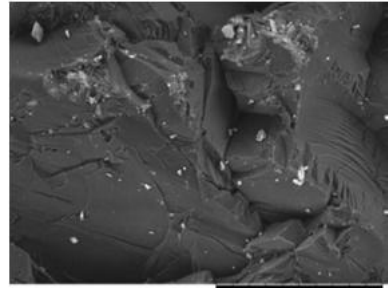


CERTBIO_2325 2013/02/15 10:00 D2,1 x300 300 um
MO 26

Magnificação: 300 X

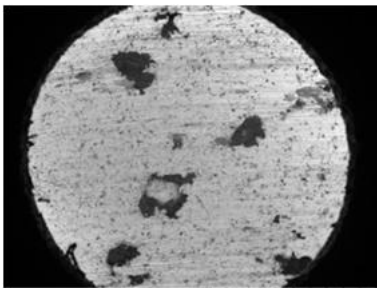


Magnificação: 500 X

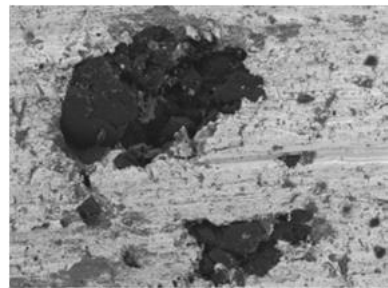


Magnificação: 1000 X

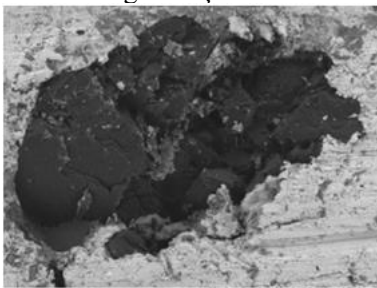
***D. Liga Ni - 26 %wt Co – 4 %wt Cr3C2 -4 %wt Mo – Diamante
não revestido***



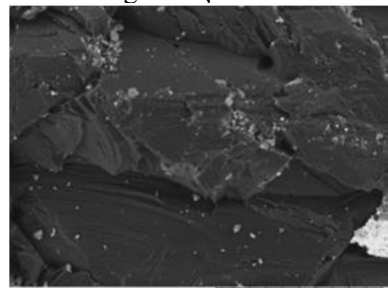
Magnificação: 50 X



Magnificação: 300 X

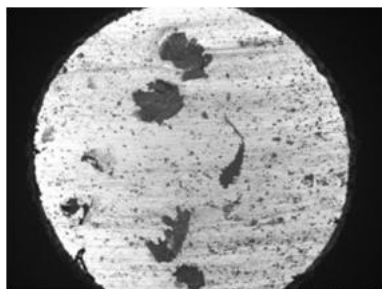


Magnificação: 500 X



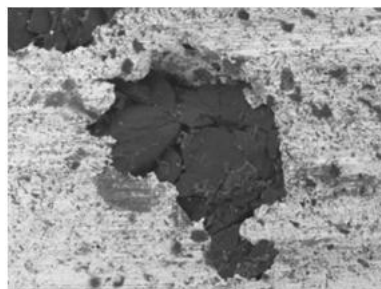
Magnificação: 1000 X

E. Liga Ni - 27 %wt Co – 4 %wt Cr3C2 – Diamante revestido



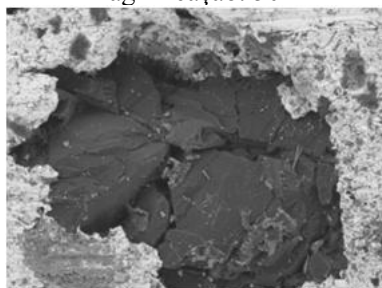
CERTBIO_2319 2013/02/15 09:51 D1,9 x50 2 mm
CrC 13

Magnificação: 50 X



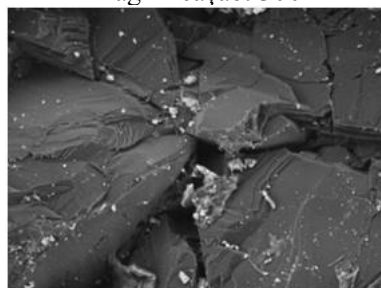
CERTBIO_2320 2013/02/15 09:52 D1,9 x300 300 um
CrC 13

Magnificação: 300 X



CERTBIO_2321 2013/02/15 09:53 D2,0 x500 200 um
CrC 13

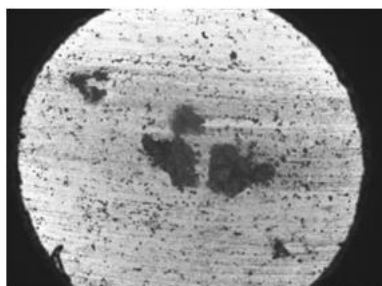
Magnificação: 500 X



CERTBIO_2322 2013/02/15 09:55 D2,0 x1.0k 100 um
CrC 13

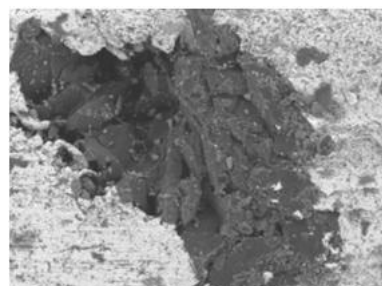
Magnificação: 1000 X

F. Liga Ni - 27 %wt Co – 4 %wt Cr3C2 – Diamante não revestido



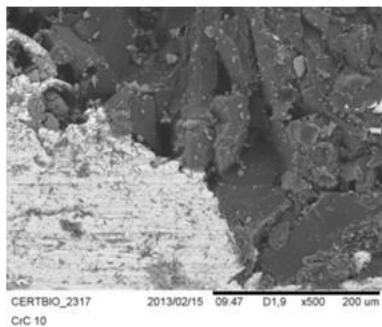
CERTBIO_2315 2013/02/15 09:44 D2,8 x50 2 mm
CrC 10

Magnificação: 50 X

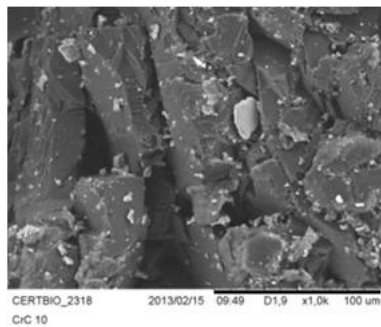


CERTBIO_2316 2013/02/15 09:45 D1,9 x300 300 um
CrC 10

Magnificação: 300 X

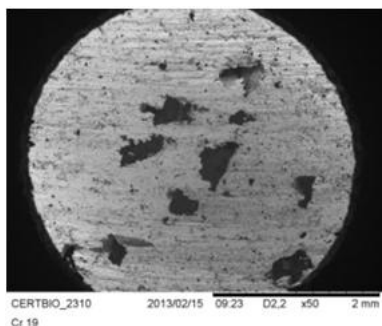


Magnificação: 500 X

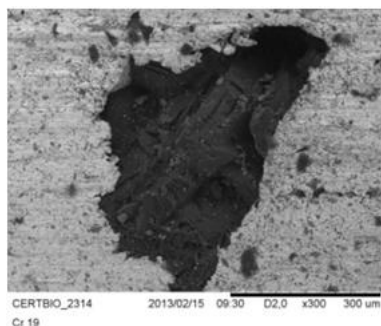


Magnificação: 1000 X

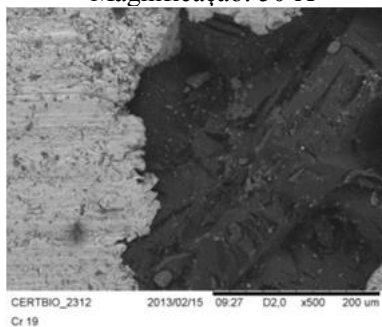
G. Liga Ni - 27 %wt Co- 4 %wt CrFe – Diamante não revestido



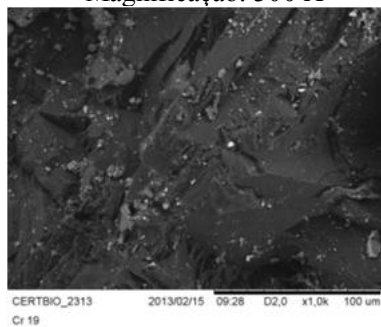
Magnificação: 50 X



Magnificação: 300 X



Magnificação: 500 X



Magnificação: 1000 X